



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY
A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV MIKROELEKTRONIKY

DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

OPTIMALIZACE SCINTILAČNÍHO DETEKTORU PRO DETEKCI NÍZKOENERGIOVÝCH SIGNÁLNÍCH ELEKTRONŮ V ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPII

OPTIMIZATION OF SCINTILLATION DETECTOR FOR DETECTION OF LOW ENERGY SIGNAL
ELECTRONS IN ELECTRON MICROSCOPY

DIZERTAČNÍ PRÁCE

DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Ing. Eva Tihlaříková

ŠKOLITEL
SUPERVISOR

Ing. et Ing. Vilém Neděla, Ph.D.

BRNO 2017

Abstrakt

Dizertační práce se zabývá optimalizací scintilačního detektoru pro účinnou detekci nízkoenergiových signálních elektronů v komoře vzorku rastrovacího elektronového mikroskopu. Řešení vycházelo ze studia mechanismů ztrát energie signálních elektronů během jejich interakce s vodivou vrstvou a scintilátorem, které je možné studovat pomocí simulací založených na stochastické metodě Monte Carlo. Na základě testovacích simulací a srovnání jejich výsledků s dostupnými experimentálními daty byl vybrán vhodný Monte Carlo software. Následně byly kvantifikovány ztráty energie signálních elektronů rozdílných energií při jejich průchodu konkrétními vodivými vrstvami na povrchu scintilátorů a během jejich interakce se scintilátory. Výsledky simulací umožnily definovat kritéria pro optimalizaci vodivých vrstev, které byly následně nanесeny na scintilátory a experimentálně měřeny ve scintilačním detektoru rastrovacího elektronového mikroskopu. Tato měření umožnila verifikovat výsledky simulací a poskytla řadu nových informací o vlivu materiálu a tloušťky vodivých vrstev, v kombinaci s materiálem scintilátoru a světlovodu. Zvýšení detekční účinnosti scintilačního detektoru s optimalizovanými vodivými vrstvami, schopného detekovat nízkoenergiové signálních elektrony, bylo experimentálně prokázáno.

Klíčová slova

Rastrovací elektronový mikroskop, Monte Carlo simulace, scintilační detektor, scintilátor, vodivá vrstva, světlovod, signální elektronky.

Abstract

The dissertation thesis deals with optimization of the scintillation detector for efficient detection of low energy signal electrons in a specimen chamber of a scanning electron microscope. The solution was based on the study of signal electron energy loss mechanisms during their interaction with a conductive layer and a scintillator that can be studied using simulations based on the stochastic Monte Carlo methods. Based on test simulations and their comparison with experimental data, the ideal Monte Carlo software was chosen and used for the study of signal electron energy losses during their transport through the conductive layer as well as following interaction with scintillator, in dependency on the signal electron energy. Simulation results allowed to define criteria for the optimization of the conductive layer. According to these parameters, the optimized layers were deposited on the surface of different scintillators and experimentally tested in the scintillation detector of the scanning electron microscope. Experimental measurements allowed to verify accomplished simulations and provide new information about impact of materials and thicknesses of conductive layers in combination with materials of scintillators and light guides. The increase of the detection efficiency of the scintillation detector equipped with optimised conductive layers and its capability to detect low energy signal electrons were experimentally proved.

Keywords

Scanning electron microscope, Monte Carlo simulations, scintillation detector, scintillator, conductive layer, light guide, signal electrons.

Bibliografická citace

TIHLAŘÍKOVÁ, E. *Optimalizace scintilačního detektoru pro detekci nízkoenergiových signálních elektronů v elektronové mikroskopii*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2017. 99 s. Vedoucí dizertační práce Ing. et Ing. Vilém Neděla, Ph.D.

Prohlášení autora

Prohlašuji, že svou dizertační práci na téma „Optimalizace scintilačního detektoru pro detekci nízkooenergiových signálních elektronů v elektronové mikroskopii“ jsem vypracovala samostatně pod vedením vedoucího dizertační práce Ing. et Ing. Viléma Neděly, Ph.D. a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce. Jako autor uvedené dizertační práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této dizertační práce jsem neporušila autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhla nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědoma následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. Díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne 31. 8. 2017

.....

Eva Tihlaříková

Poděkování

Ráda bych touto cestou poděkovala vedoucímu dizertační práce Ing. et Ing. Vilému Nedělovy, Ph.D. za odborné vedení a pomoc během celého studia.

Dále bych ráda poděkovala RNDr. Jiřímu Runštukovi za technickou a odbornou pomoc, Dr. Konvalinovi za simulace šířky stopy dopadu sekundárních elektronů, firmě TESCAN Brno, s.r.o. za zapůjčení scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro realizaci experimentálního měření, firmě CRYTUR, spol. s.r.o. za zapůjčení sady krystalů pro experimentální měření.

V neposlední řadě bych chtěla poděkovat své rodině za pomoc a trpělivost.

Obsah

Abstrakt	1
Abstract	3
Bibliografická citace	5
Prohlášení autora	6
Poděkování	7
Obsah	8
1. Úvod	10
2. Teoretický rozbor problematiky	12
2.1 Vznik signálu v REM.....	12
2.1.1 Interakce primárních elektronů s pevnou látkou	12
2.1.2 Pružný rozptyl.....	14
2.1.3 Nepružný rozptyl.....	16
2.1.4 Excitační objem	18
2.1.5 Zpětně odražené elektrony.....	21
2.1.6 Sekundární elektrony.....	23
2.2 Počítačové simulace procesů interakce elektronů s pevnou látkou.....	26
2.2.1 Monte Carlo simulace transportu elektronů pevnou látkou.....	26
2.2.2 Dostupné programy	29
2.3 Detekce signálních elektronů	34
2.3.1 Hlavní parametry detektorů	35
2.3.2 Detektory signálních elektronů.....	36
3. Současný stav detekce signálních elektronů scintilačním detektorem	38

3.1	Scintilátor	38
3.1.1	Druhy scintilátorů a jejich vlastnosti	40
3.1.2	Mechanismus CL scintilačních monokrystalů	42
3.1.3	Vodivá vrstva na povrchu scintilátoru	43
3.2	Světlovod	45
3.3	Fotonásobič	47
3.4	Detekce SE	49
3.5	Detekce BSE	51
4.	Seznam použité literatury	54
	Seznam použitých zkratek a symbolů	61
	Přehled článků a konferenčních příspěvků publikovaných v průběhu studia	65

1. Úvod

Rastrovací elektronový mikroskop (REM) je analytické zobrazovací zařízení umožňující zobrazit a dále charakterizovat mikro až nano-strukturu pevných látek živé a neživé přírody. REM vyniká především vysokým rozlišením kolem 1 nm (v současné době nejvyšší rozlišení je 0,4 nm - Hitachi UHR FE-SEM SU9000) a velkou hloubkou ostrosti, díky kterým našel uplatnění v širokém spektru vědeckých i průmyslových oborů.

V REM jsou detekovány signální elektrony emitované v důsledku interakce svazku primárních elektronů (PE) s pevnou látkou. Signálem detektoru je modulován jas obrazovky, přičemž výsledný obraz vzniká rastrováním svazku PE po vzorku, bod po bodu. Energie PE se může při dopadu na vzorek pohybovat v rozmezí od jednotek do desítek keV, přičemž výrazně ovlivňuje charakter informace v obraze. Energie PE je jedním z klíčových faktorů určujících velikost oblasti a hloubku pod povrchem vzorku, ze které jsou signální elektrony emitovány. Zatímco PE o vysokých energiích pronikají hluboko pod povrch vzorku a signální elektrony poskytují převážně objemovou informaci, PE s energií pod 5 keV interagují ve velmi malé hloubce a jsou zdrojem informace o povrchu vzorku. Mikroskopy pracující s PE v rozsahu energií 0,1 - 5 keV jsou nazývány nízkonapětové REM (LVREM) [1].

V raných fázích vývoje elektronových mikroskopů, kdy bylo hlavním cílem zobrazit povrchovou nano-strukturu vzorků, byly mimo jiné z důvodů nízkých aberací čoček používány relativně vysoké energie ($PE \geq 20$ keV). Pro tyto pracovní podmínky bylo nutné většinu vzorků speciálně upravit, minimálně nanesením tenké vodivé vrstvy zlata, uhlíku nebo chromu tloušťky jednotek až stovek nm [2]. Vodivé vrstvy sloužily především k odvodu náboje z povrchu elektricky nevodivého vzorku, dodatečně zlepšovaly odstup signálu od šumu a lokalizaci emise sekundárních elektronů blíže k povrchu vzorku zlepšovaly rozlišení. Zvýšením tepelné vodivosti vzorků a odolnosti vůči radiačnímu poškození rozšiřovaly možnosti REM o studium obtížně pozorovatelných vzorků (polymery, biologické vzorky atd.). Postupem času však bylo zjištěno, že zvláště kovové vodivé vrstvy způsobují vznik nežádoucích artefaktů [3], omezují použití dalších analytických technik (rentgenová mikroanalýza) a neumožňují pozorovat řadu

specifických kontrastů, které jsou generovány těsně pod povrchem vzorku (např. napětový kontrast).

Současné vysoké nároky na elektronové mikroskopy nespočívají pouze ve snaze dosáhnout co nejvyššího rozlišení, ale také studovat vzorky v co nejpřirozenějším stavu (bez jejich chemické stabilizace a pokrytí vodivými vrstvami). Jednou z možností je použití nízkých energií svazku PE, které umožňují minimalizovat nabíjení elektricky nevodivých vzorků, detekovat signální elektrony z mnohem menších objemů vzorku a dosáhnout tak velmi vysokého rozlišení. Přestože při použití nízkých energií PE jsou vzorky více kontaminovány a zahřívány [1], mohou být zdrojem zcela nových informací. Signál zpětně odražených elektronů emitovaný nízkooenergiiovými PE je mnohem méně citlivý na nabíjení, umožňuje dosáhnout obdobného rozlišení jako sekundární elektrony a v případě energiově rozlišené detekce je zdrojem nových materiálových kontrastů [4].

Snahy snižovat energii PE naráží na limity současných detekčních systémů, které nejsou schopny s dostatečným poměrem signálu k šumu při takto nízkých energiích pracovat. Řešením může být aplikace urychlovacího napětí jednotek kV na scintilátor nebo do jeho blízkosti [5], což umožní zvýšit detekční účinnost. Vzhledem k téměř neomezené životnosti, velmi vysoké rychlosti a širokému použití detektorů s anorganickými scintilačními monokrystaly v elektronových mikroskopech vzniká výrazná potřeba upravit tyto detektory tak, aby byly schopny pracovat při co nejnižších energiích PE bez aplikace vysokého napětí na jejich povrch, jak bude ukázáno v dizertační práci.

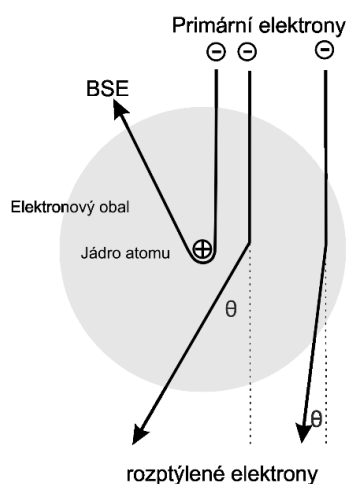
2. Teoretický rozbor problematiky

2.1 Vznik signálu v REM

PE procházejí látkou a interagují s jádry atomů a elektrony vzorku, následkem čehož postupně ztrácí energii a odchylují se z původní dráhy. Míra jejich rozptylu závisí na parametrech PE, materiálovém složení a vnitřní struktuře vzorku. V důsledku interakcí PE s atomy studovaného vzorku vzniká řada signálů (sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony, charakteristické rentgenové záření, Augerovy elektrony, fotony), které poskytují informaci o topografii povrchu, krystalografické struktuře, elementárním složení, rozložení elektrických, magnetických polí atd.

2.1.1 Interakce primárních elektronů s pevnou látkou

PE procházející vzorkem podstupují rozptylové procesy. V případě, že je elektron rozptýlen pouze jedním rozptylovým centrem, jedná se o jednoduchý rozptyl. Obvykle však elektron interaguje s více rozptylovými centry a proto je při průchodu látkou rozptylován vícenásobně. Přestože elektronový rozptyl nastává především v dopředném směru, velmi malá část elektronů může absolvovat zpětný odraz, viz Obr. 2.1.



Obr. 2.1: Rozptyl PE v elektronovém obalu jádra atomu.

Pravděpodobnost rozptylu elektronů pohybujících se v látce je popsána účinným průřezem, který je specifický pro každý typ rozptylové události. Koncept účinného průřezu je založen na modelu efektivní oblasti interakce, dané efektivním poloměrem

$$\sigma = \pi r_e^2 \quad , \quad (1)$$

kde r_e udává efektivní poloměr rozptylového centra, resp. aktivní plochu částice, v níž nastane srážka. V reálném vzorku mohou nastat oba typy interakce – pružný i nepružný rozptyl. Předpokládáme-li nezávislost jednotlivých rozptylových procesů, mohou se účinné průřezy sčítat.

Pak získáme celkový (totální) účinný průřez

$$\sigma_T = \sigma_{\text{pružný}} + \sigma_{\text{nepružný}} \quad (2)$$

Vezmeme-li v úvahu, že reálný vzorek obsahuje v jednotce objemu N atomů, celkový účinný průřez rozptylu je definován jako

$$Q_T = N_A \sigma_T \rho / A \quad , \quad (3)$$

kde A je molární hmotnost, N_A je Avogadrova konstanta a ρ je hustota.

Dalším parametrem popisujícím rozptyl je střední volná dráha elektronu. Koresponduje s celkovým účinným průřezem a udává průměrnou vzdálenost, kterou elektron urazí mezi dvěma po sobě jdoucími rozptylovými událostmi.

$$\lambda = \frac{1}{Q_T} \quad (4)$$

Úhlové rozdělení elektronů rozptýlených o úhel θ do prostorového úhlu $d\Omega$ je popsáno diferenciálním účinným průřezem $d\sigma/d\Omega$. Tato veličina je důležitou charakteristikou interakce elektronů, která je používána v Monte Carlo simulacích.

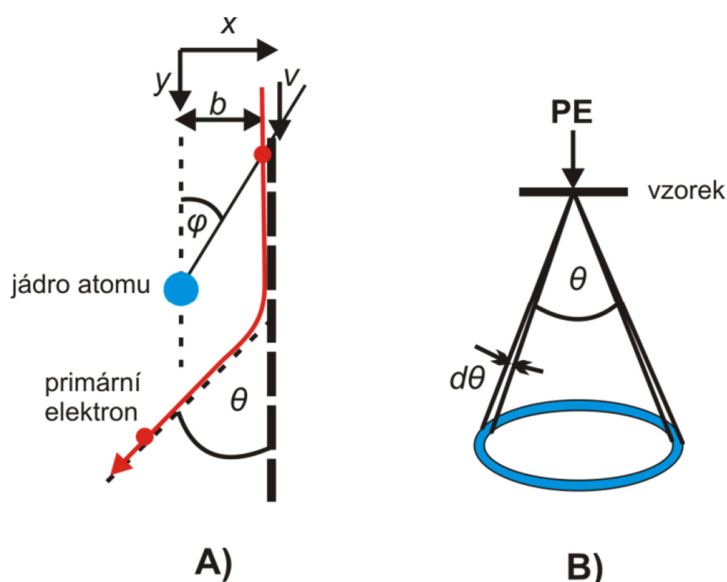
Rozptylové procesy jsou děleny dle míry zachování kinetické energie systému elektron-atom do dvou základních skupin: pružný rozptyl (minimální ztráty kinetické energie) a nepružný rozptyl (část kinetické energie je ztracena na úkor emise částice). Několikanásobný pružný rozptyl má za následek postupné zvětšování úhlové šířky svazku, který může vést až k emisi tzv. zpětně odražených elektronů. Několikanásobný nepružný rozptyl, doprovázený emisí sekundárních elektronů, vede k postupné ztrátě energie elektronů podél jejich trajektorie až na

energii, při níž jsou elektrony zachyceny ve vzorku. Schopnost charakterizovat rozptylové procesy pomocí např. diferenciálních účinných průřezů jednotlivých procesů, střední volné dráhy a její závislosti na energii PE, protonovém čísle (Z), příp. hmotnostních zlomcích, umožňuje simulovat průchod PE látkou pomocí speciálních softwarů.

2.1.2 Pružný rozptyl

Pružným rozptylem se rozumí vychýlení elektronu v poli kladného náboje jádra atomu stíněného vnějšími elektrony, jehož výsledkem je změna trajektorie. Ztráta energie elektronu je vůči energii PE obvykle zanedbatelná, stejně tak ztráta energie emisí brzdného záření (řádově 10^2 eV) [1].

Je-li hmotnost jádra výrazně větší než hmotnost elektronu, elektron má dostatečně malou rychlost a mezi částicemi působí pouze Coulombovské elektrostatické síly, je možné popsat pružný rozptyl modelem vycházejícím z principů klasické mechaniky. Tento jednoduchý model uvažuje interakci dvou nabitých částic (interagující elektron a statické jádro), majících charakter bodové hmoty a náboje viz Obr. 2.2.



Obr. 2.2: A) Klasický model pružného rozptylu na jádru atomu. B) Znázornění prostorového úhlu, do něhož jsou PE náhodně rozptýleny [6].

Pohybuje-li se elektron v určité vzdálenosti od jádra (tzv. náměrná vzdálenost b), je vlivem jeho pole vychýlen o rozptylový úhel θ (Obr. 2.2-A), který lze vypočítat dle vztahu

$$\cotg \frac{\theta}{2} = \frac{m}{2e^2} \frac{v^2}{Z} b, \quad (5)$$

kde m udává hmotnost elektronu, v je rychlost elektronu, e je elementární elektrický náboj elektronu a Z je protonové číslo. Velikost rozptylového úhlu θ je přímo úměrná náměrné vzdálenosti b . Při její dostatečné vzdálenosti může nastat vychýlení elektronu zpět z látky.

Dopadá-li na vzorek svazek PE navzájem rovnoběžné trajektorie, procházející plochou $d\sigma$, jsou rozptýleny o úhel θ do prostorového úhlu $d\Omega$ (Obr. 2.2-B)

$$d\Omega = 2\pi \sin\theta d\theta, \quad (6)$$

Děj je možné popsat diferenciálním účinným průřezem pro pružný rozptyl. Poprvé byl teoretický popis procesu rozptylu nabitě částice na jádře prezentován Rutherfordem [7].

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right) = \frac{e^4 Z^2}{4(4\pi\epsilon_0)^2 E^2} \frac{1}{\sin^4(\theta/2)}, \quad (7)$$

kde ϵ_0 je permitivita vakua. Tento vztah nezahrnuje vliv stínění jádra elektronovým obalem a vliv spinů elektronů a dobře platí pouze pro energie nad 100 keV. Pro nízké energie, kdy se vlnová délka elektronu blíží meziatomovým vzdálenostem, pozbývá platnost [8]. Kvůli vlnové povaze elektronů, je přesný popis jejich interakce s pevnou látkou možný jen pomocí kvantové mechaniky.

Elektronová vlna může být vyjádřena součtem rovinné vlny a kulové vlny s rozptylovou amplitudou $f(\theta, \chi)$ závisující na rozptylovém úhlu θ a azimutálním úhlu χ , a proto

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right) = |f(\theta, \chi)|^2 \quad (8)$$

Funkci $f(\theta, \chi)$ je možné odvodit více postupy. Vliv stínění jádra valenčními elektrony v rámci klasické fyziky je popsán tzv. Rutherfordovým stíněným modelem,

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{R_s} = \frac{e^4 Z^2}{4(4\pi^2 \varepsilon_0^2 m^2 v^4)} \frac{1}{[\sin^2(\theta/2) + \sin^2(\theta_0/2)]^2}, \quad (9)$$

kde θ_0 je charakteristický stínící úhel ($\theta_0/2 = \lambda_B/4\pi R_s$); λ_B je de Broglieho vlnová délka ($\lambda_B = 1,226/E$), R_s je stíněný poloměr atomu ($R_s = \alpha_H Z^{-1/3}$) a α_H je Bohrovův rádius ($\alpha_H = \hbar^2 \varepsilon_0 / \pi m_0 e^2 = 0,0569 \text{ nm}$) [8]. Dostatečné přesnosti výpočtu účinného průřezu, zvláště pro energie jednotek keV a nižší, lze dosáhnout použitím relativistického vyjádření diferenciálního účinného průřezu, který bere v úvahu i existenci spinu letícího elektronu, jeho orientaci vůči směru pohybu a spin-orbitální interakci [9]

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_M = |f(\theta)|^2 + |g(\theta)|^2, \quad (10)$$

kde $f(\theta)$ a $g(\theta)$ jsou rozptylové amplitudy, pro které platí

$$f(\theta) = \frac{1}{2ik} \sum_{l=0}^{\infty} \left[(l+1) \left(e^{i2\delta_l^+} - 1 \right) + l \left(e^{i2\delta_l^-} - 1 \right) \right] P_l(\cos \theta) \quad (11)$$

$$g(\theta) = \frac{1}{2ik} \sum_{l=1}^{\infty} - \left(e^{i2\delta_l^+} + e^{i2\delta_l^-} \right) P_l^1(\cos \theta), \quad (12)$$

kde k je vlnovým číslem elektronu, $P_l(\cos \theta)$ a $P_l^1(\cos \theta)$ jsou Legendrovy polynomy, resp. přidružené Legendrovy polynomy, δ_l^+, δ_l^- udávají fázový posuv pro l -tou parciální vlnu pro oba směry spinu [10].

2.1.3 Nepružný rozptyl

Nepružný rozptyl je charakterizován postupnou ztrátou energie dopadajícího elektronu (W) při průchodu materiálem, zpravidla doprovázený excitací elektronů materiálu. Hlavními interakčními mechanismy jsou excitace vodivostních elektronů při interakci elektron-elektron, ionizace vnitřních elektronových hladin atomů, excitace plasmonů a fononů.

Děj je možné popsat účinným průřezem pro nepružný rozptyl, který je tvořen součtem dílčích průřezů jednotlivých rozptylových jevů. Nejjednodušší model rozptylu je založen na zákonech klasické mechaniky a popisuje změnu energie zasaženého elektronu mezi W a $W+dW$

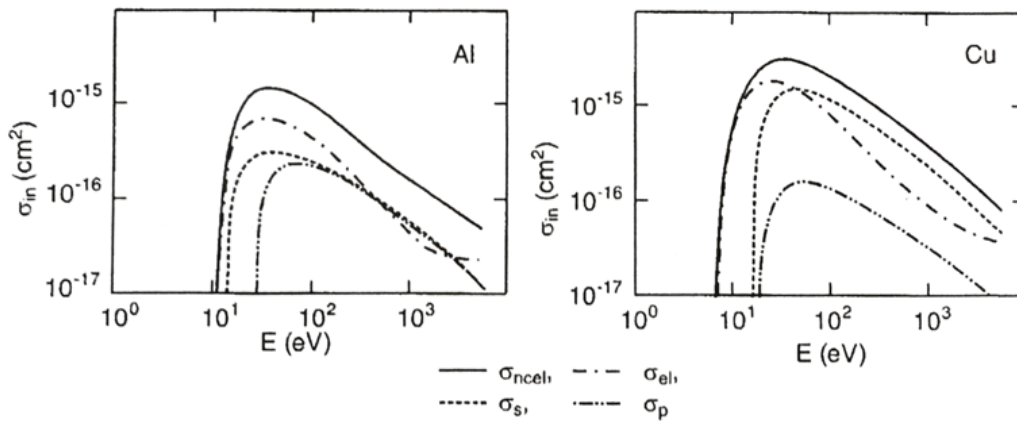
$$\frac{d\sigma}{dW} = \frac{\pi e^4}{(4\pi\epsilon_0)^2} \frac{1}{EW^2}, \quad (13)$$

kde E je kinetická energie dopadajícího elektronu ($E = m_0v^2/2$).

Diferenciální účinný průřez uvažující vazebnou energii elektronů E_i byl představen Gryzińským [11].

$$\frac{d\sigma_i}{dW} = n_i \frac{\pi e^4}{(4\pi\epsilon_0)^2} \frac{E_i}{EW^3} \left(\frac{E}{E + E_i} \right)^{3/2} \left(1 - \frac{W}{E} \right)^{E_i/(E_i+W)} \left\{ \frac{W}{E_i} \left(1 - \frac{E_i}{E} \right) + \frac{4}{3} \ln \left[2,7 + \left(\frac{E-W}{E_i} \right)^{1/2} \right] \right\}, \quad (14)$$

kde n_i je počet elektronů i -té hladiny. Je předpokládáno, že interakce elektronů s jádrem atomu je zanedbatelná a urychlený elektron interaguje pouze s elektrony na jednotlivých hladinách. To je podmíněno platností $W \gg E_i$, při poklesu $E_i \rightarrow 0$ přechází vztah (14) ve vztah (13) a při energii elektronů pod 100 eV, pozbývá vztah (14) platnost, viz Obr. 2.3.



Obr. 2.3: Energová závislost celkového diferenciálního účinného průřezu pro nepružný rozptyl σ_{incel} , který je reprezentován součtem dílčích průřezů (jednoduchá elektronová excitace σ_{el} , plasmonová excitace σ_p , excitace elektronů na vnitřních hladinách σ_s) [12].

Excitační procesy v látce nejlépe vystihují modely používající tzv. dielektrickou funkci $\varepsilon(\omega, q)$ [13]

$$\frac{d^2\sigma}{dWdq} = \frac{me^2}{\pi N \hbar^2 E} I_m \left(-\frac{1}{\varepsilon(\omega, q)} \right) \frac{1}{q}, \quad (15)$$

kde N je hustota atomů, $W = \hbar\omega$ značí energiovou ztrátu, $\hbar q$ je přenosový moment a $I_m\{-1/\varepsilon(\omega, q)\}$ je ztrátová funkce, která udává pravděpodobnost nepružného rozptylu, distribuci ztráty energie elektronu a distribuci úhlu rozptylu.

Další významnou veličinou popisující nepružný rozptyl je brzdná síla. Vztah pro výpočet brzdné síly, která působí na elektron pohybující se podél trajektorie o délce s , byl prvně představen Bethem [14]

$$\frac{dE}{ds} = 2\pi e^4 N_0 \frac{Z\rho}{AE_i} \ln \left(\frac{1,166E_i}{J} \right), \quad (16)$$

kde A je atomová hmotnost, E_i vazební energie i -té hladiny, J střední ionizační potenciál.

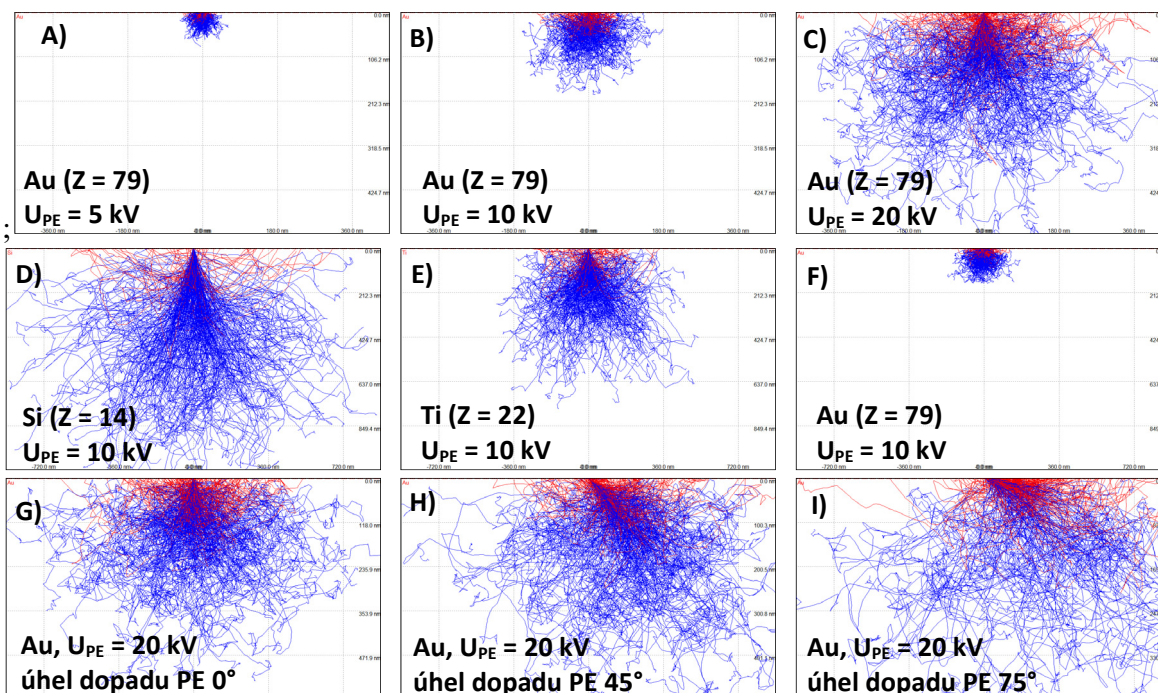
Nevýhoda Betheho modelu spočívá ve spojitosti ztrát a nutnosti stanovení středního ionizačního potenciálu J , jehož teoretické i experimentální stanovení je nejednoznačné. Joy & Luo [15] představili zobecněnou verzi rovnice (16)

$$\frac{dE}{ds} = -785 \frac{\rho Z}{AE} \sum_i \frac{Z_i}{Z} \ln \frac{E}{E_i} \quad (17)$$

Toto vyjádření brzdné síly koreluje i s experimentálními údaji, které prezentovali Joy a Joy [16] a je často využíváno pro výpočet nepružného rozptylu metodou Monte Carlo při nízkých energiích PE.

2.1.4 Excitační objem

Trojrozměrná oblast, v níž PE interagují se vzorkem a generují charakteristické signály, se nazývá excitační objem (EO). Velikost EO, dolet elektronů a emise jednotlivých signálů jsou závislé na materiálovém složení vzorku, energii a úhlu dopadu PE. Rozptyl PE a vliv těchto parametrů je možné kvalitativně i kvantitativně simulovat pomocí počítačových simulací pravděpodobností tzv. Monte Carlo metodou.



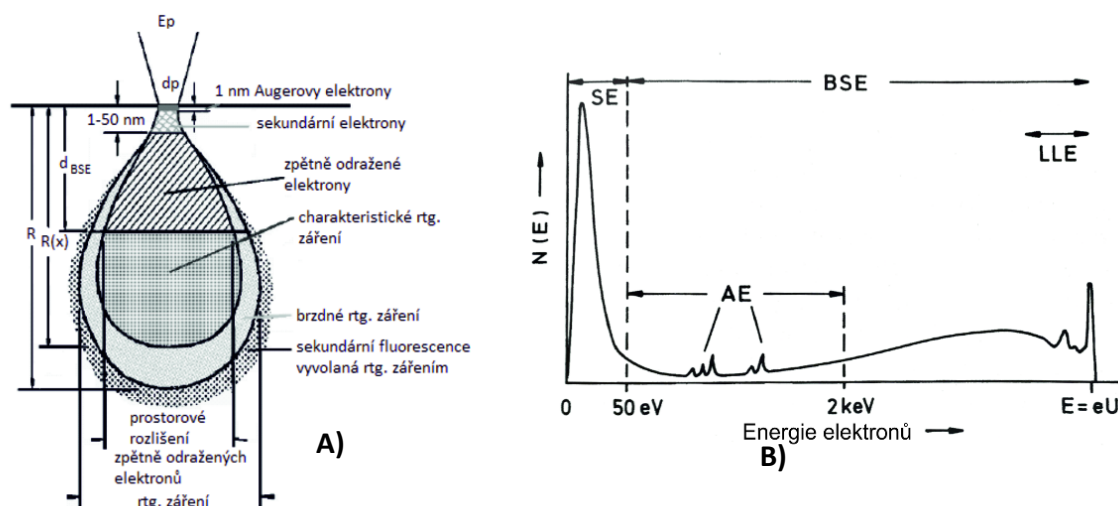
Obr. 2.4: Ilustrace vlivu parametrů PE a typu vzorku na excitační objem. A-C) Vliv energie PE, D-F) vliv materiálu vzorku G-I) vliv úhlu dopadu PE. Monte Carlo simulace v Programu CASINO V2.42, zobrazeno 400 trajektorií. Červeně jsou zobrazeny dráhy zpětně odražených elektronů.

Energie PE výrazně ovlivňuje velikost EO, nikoliv však jeho tvar, jak ukazují simulace interakce PE o energiích 5; 10 a 20 keV se vzorkem zlata (Obr. 2.4 A-C). Účinný průřez pružného rozptylu je nepřímo úměrný kvadrátu energie PE $Q \sim 1/E^2$, viz vztah (7). S rostoucí energií klesá pravděpodobnost pružného rozptylu, elektrony pronikají hlouběji do vzorku a velikost EO roste.

Na výsledcích simulací excitačních objemů křemíku ($Z = 14$), titanu ($Z = 22$) a zlata ($Z = 79$), které vznikly interakcí PE s energií 10 keV je znázorněn vliv materiálu vzorku, resp. jeho protonového čísla Z na velikost a tvar EO (Obr. 2.4 D-F). S rostoucím Z se zvětšuje účinný průřez pružného rozptylu a roste pravděpodobnost vychýlení elektronové trajektorie z původního směru, což vede až ke zpětné emisi elektronů. V případě materiálů s vysokým Z roste zpětná emise elektronů (tzv. materiálový kontrast) a nastává zmenšení velikosti EO v důsledku kratší trajektorie elektronů ve vzorku. S klesajícím Z klesá i rychlost ztráty energie elektronů, což přispívá k velkému nárůstu EO.

S rostoucím úhlem dopadu PE (úhel náklonu svazku PE směrem k povrchu klesá) se EO zmenšuje a stává se méně souměrným, jak ukazuje simulace EO ve zlatě, na které dopadá svazek PE pod úhly dopadu 0° , 45° a 75° (Obr. 2.4 G-I). Při náklonu 0° , kdy PE dopadají kolmo na vzorek, velká část elektronů směřuje do nitra vzorku. S rostoucím náklonem se přesouvají trajektorie elektronů blíže k povrchu vzorku a narůstá pravděpodobnost emise signálních elektronů, které vznikly jednoduchým rozptylem [1].

EO vypovídá o rozložení aktivních hloubek, z nichž jsou získávány jednotlivé signály. Každý ze signálů může být buzen z charakteristické maximální hloubky (Obr. 2.5-A) a má charakteristický rozsah energií (Obr. 2.5-B). Základní složky spektra emitovaných signálních elektronů jsou sekundární elektrony (secondary electron - SE), Augerovy elektrony (Auger electron - AE), zpětně odražené elektrony (backscattered electron - BSE), a pružně rozptýlené BSE (low loss electrons - LLE).



Obr. 2.5: A) Excitační objem znázorňující rozložení charakteristických hloubek a typy signálů (d_p - průměr svazku, d_{BSE} - max. hloubka emise BSE, $R(x)$ - max. hloubka emise rentgenového (RTG) záření, R - hloubka průniku elektronů ve vzorku), B) Energiové spektrum emise signálu buzeného dopadem PE [6].

BSE a SE jsou základními signály, které jsou používány pro zobrazování v REM. Tyto signály poskytují informace o materiálovém složení (materiálový kontrast) a morfologii vzorku (topografický kontrast). Oba typy elektronů jsou od sebe rozlišovány dle energie, s níž opouštějí vzorek. Hranicí mezi BSE a SE je zvolených 50 eV, přičemž SE mají energii < 50 eV a BSE > 50 eV.

Průletem elektronů kolem jádra atomu je v jeho blízkosti buzeno proměnné pole, které se šíří ve formě elektromagnetických vln. Jedná se o elektromagnetické ionizující záření s vlnovou délkou 10 nm - 1 pm tzv. RTG záření. Dle rozložení energie ve spektru jsou rozlišovány dva typy RTG záření:

- Charakteristické záření vytváří diskrétní čárové spektrum charakteristické pro prvky vzorku. Využívá se pro materiálovou analýzu s energiově a vlnově disperzním spektrometrem.
- Brzdné záření, neboli tzv. Bremsstrahlung, vytváří spojité spektrum. Energie brzdného RTG záření závisí na energii PE, na materiálu vzorku je nezávislé. V materiálové analýze vytváří nežádoucí pozadí.

2.1.5 Zpětně odražené elektrony

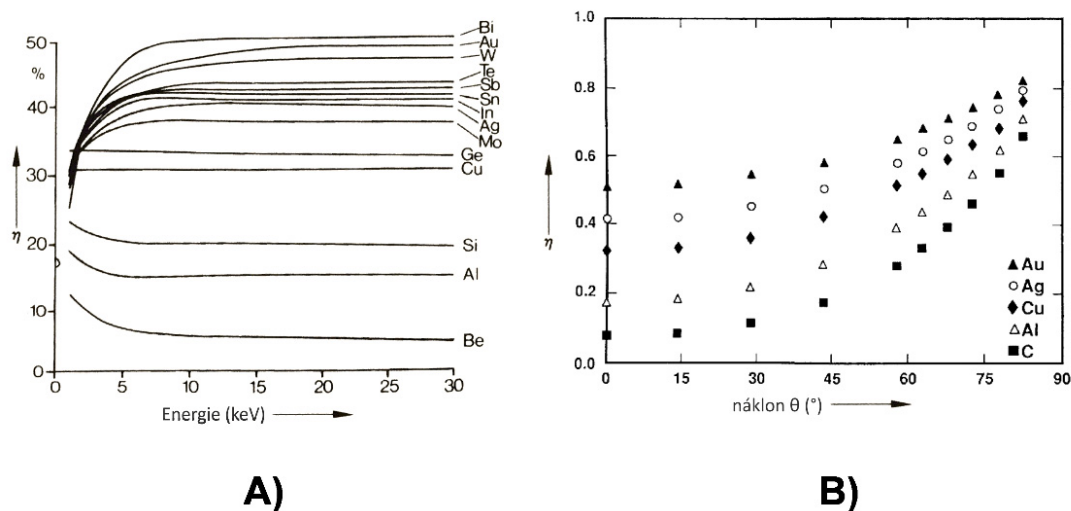
BSE jsou produktem několikanásobného pružného i nepružného rozptylu PE s jádry atomů vzorku, kdy dochází k postupnému vychylování z původní trajektorie elektronů, vedoucí až ke zpětnému úniku na povrch vzorku.

Zpětný odraz je kvantifikován koeficientem emise zpětně odražených elektronů η

$$\eta = \frac{n_{BSE}}{n_{PE}} = \frac{i_{BSE}}{i_{PE}}, \quad (18)$$

kde n_{PE} je počet PE dopadajících na vzorek, n_{BSE} je počet BSE emitovaných ze vzorku. Koeficient často bývá vyjádřen závislostí proudu svazku i_{PE} na proudu zpětně odražených elektronů i_{BSE} .

Od energie PE > 10 keV je tento koeficient téměř nezávislý na energii PE. Charakteristickou vlastností BSE je závislost η na středním protonovém čísle \bar{Z} , tzv. materiálový kontrast. Materiálový kontrast se začíná uplatňovat od energie PE > 5 keV. Výrazněji se projevuje mezi prvky s malým Z, přičemž od Z = 40 kontrast slábne (Obr. 2.6-A).



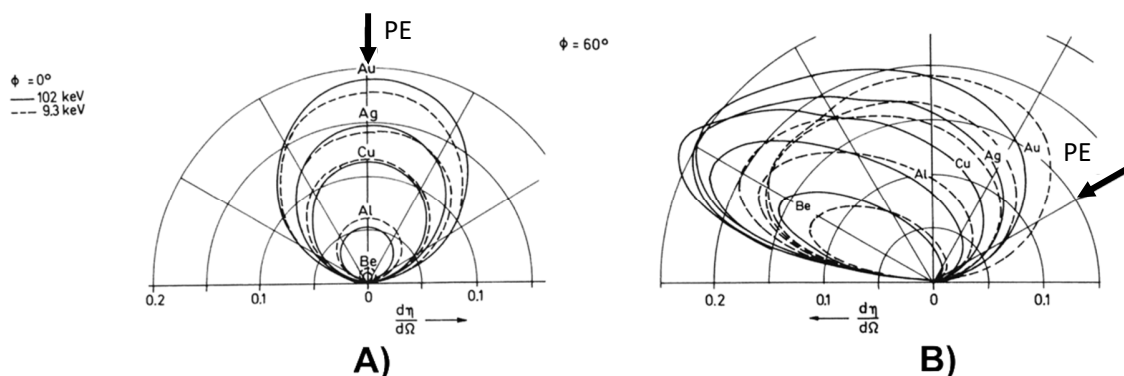
Obr. 2.6: A) Naměřené závislosti koeficientu η na Z a energii PE. B) Monte Carlo simulace závislosti emise BSE na úhlu dopadu PE a typu materiálu [1].

Jak již bylo naznačeno v předchozí kapitole, emise BSE je výrazně závislá i na úhlu dopadu PE, viz Obr. 2.6-B. Výtěžek emise BSE roste s úhlem dopadu PE pro všechny energie. Při energiích PE > 10 keV roste η se zvětšujícím se úhlem dopadu φ a závislost na Z zůstává neměnná. V případě energií PE < 5 keV a velkém úhlu dopadu se objevují odchylky v charakteristické závislosti η na Z ($\varphi = 80^\circ$: $\eta_{Al} = 0,45$; $\eta_{Cu} = 0,52$; $\eta_{Au} = 0,41$) [1]. V případě kolmo dopadajícího svazku PE ($\varphi = 0^\circ$) lze úhlovou distribuci emise BSE do prostorového úhlu $d\eta/d\Omega$ popsat Lambertovým cosinovým zákonem

$$\frac{d\eta}{d\Omega} = \frac{\eta}{\pi} \cos \zeta \quad , \quad (19)$$

kde ζ je úhel mezi normálou povrchu a směrem emise BSE

Závislost úhlové distribuce emise BSE na úhlu dopadu PE je znázorněna na Obr. 2.7. Nárůstem úhlu dopadu PE dochází k rozprostření emisních maxim BSE. První maximum (přivrácené k PE) se řídí Lambertovým zákonem a je tvořeno BSE vzniklými difúzním rozptylem PE, druhé maximum (odvrácené od PE) již nerespektuje Lambertův zákon, je téměř nezávislé na Z a představuje BSE vzniklé rozptylem PE při převážně maloúhlových srážkách v malé hloubce pod povrchem [1].



Obr. 2.7: Polární diagram ilustrující vliv náklonu svazku PE na úhlovou distribuci emise BSE.

A) Svazek PE dopadá kolmo na vzorek, B) PE dopadají na vzorek pod úhlem 60° [6].

Energiová spektrum BSE nabývá hodnot od 50 eV téměř až po hodnoty energie PE. BSE mající energii blízkou energii PE tzv. LLE vznikají na základě jednoho pružného rozptylu a jejich energie se od PE obvykle liší o 10 – 200 eV [1]. LLE vznikají ve velmi tenké podpovrchové vrstvě několika nm a jsou nositeli topografického kontrastu s velmi vysokým rozlišením, často vyšším než SE signál a jsou také využívány v zobrazování krystalové mřížky metodou difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD - Electron BackScatter Diffraction) [17].

2.1.6 Sekundární elektrony

Sekundární elektrony (SE) jsou volně vázané elektrony z vodivostních, resp. valenčních pásů atomů vzorku, které při nepružném rozptylu PE nebo BSE ve vzorku přijaly kinetickou energii dostatečnou pro emisi ze vzorku. Obecně mají SE kinetickou energii do 50 eV a jsou generovány jen z velmi malé hloubky vzorku, řádově jednotky nm.

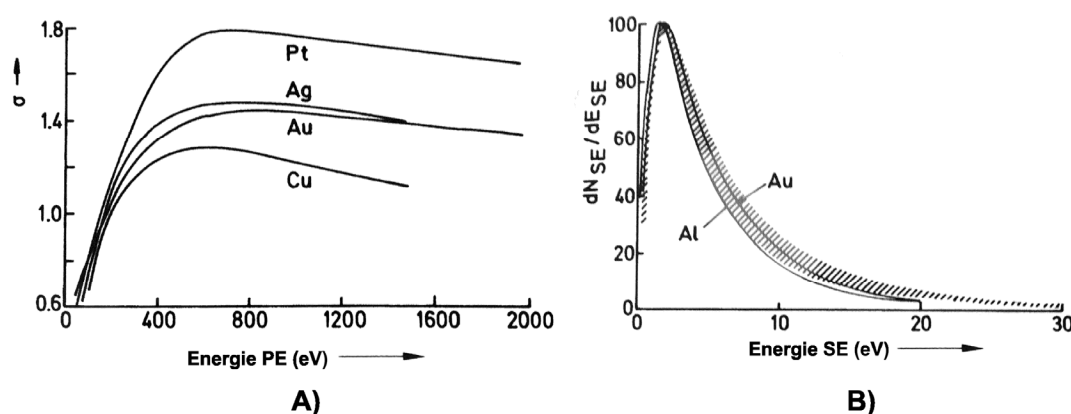
Emise SE je velmi citlivá na čistotu povrchu a je kvantifikována příslušným emisním koeficientem δ

$$\delta = \frac{n_{SE}}{n_{PE}} = \frac{i_{SE}}{i_{PE}}, \quad (20)$$

kde n_{SE} je počet SE emitovaných ze vzorku bombardovaného svazkem PE čítajících n_{PE} , i jsou odpovídající proudy. Emisní koeficient δ roste s klesající energií PE. V případě poklesu energie PE pod 10 keV, stává se elektronový dolet mělkým a roste pravděpodobnost emise SE.

Maximální emise nastává pro PE řádově 10^2 eV, viz Obr. 2.8-A, a zpravidla přesahuje jednotkovou úroveň. Pro vodivé materiály a energii PE od 0,1 do 0,8 keV nabývá δ hodnot od 0,35 do 2,5; pro izolanty a energii PE od 0,3 do 2 keV nabývá δ hodnot od 1 - 10 [1].

Většina SE je emitována s energií v rozsahu jednotek eV, viz energiová distribuce $d\delta/dE$ na Obr. 2.8-B) [1].



Obr. 2.8: A) Závislost výtěžku δ na energii PE a typu materiálu (Cu, Au, Ag a Pt),
B) Energiové spektrum SE emitovaných z Au a Al.

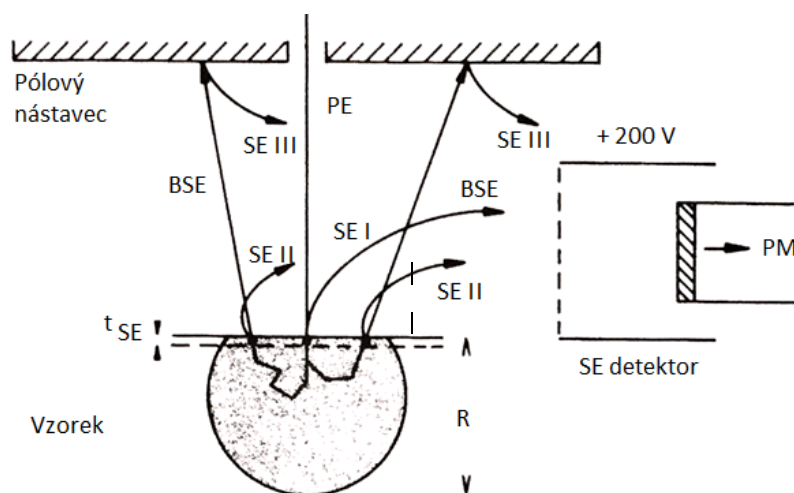
Na rozdíl od BSE, emise SE není výrazně závislá na Z , ale zásadně závisí na úhlu dopadu PE. Výtěžek δ se zvyšuje se zvětšujícím se úhlem dopadu PE φ . Pro $\varphi < 80^\circ$ platí

$$\delta(\varphi) = \delta_0 (\cos \varphi)^{-n} \quad (21)$$

Index n je rozdílný pro různé prvky a dle Kanaya a Kawakatsiho [18] se jeho hodnota pohybuje v rozmezí 1,3 - 1,5. Nárůst δ s rostoucím φ je způsoben nárůstem hloubky, v níž jsou SE generovány. Hloubka excitace SE se liší dle materiálu vzorku: kovy (0,5 - 1,5 nm) a izolanty (10 - 20 nm) [19]. Střední uniková hloubka ω v kombinaci s průměrem plochy svazku PE r_0 umožňuje určit plochu C , ze které jsou SE emitovány [20]

$$C = (r_0^2 + \omega^2)^{\frac{1}{2}} \quad (22)$$

SE nebývají generované pouze prostřednictvím PE, ale existuje skupina SE, které jsou generovány prostřednictvím BSE (Obr. 2.9).



Obr. 2.9: Znáznornění vzniku jednotlivých příspěvků signálu SE (R - hloubka doletu PE ve vzorku).

Dle místa vzniku SE mohou být v detekovaném signálu obsaženy informace o topografii vzorku a v malé míře i o materiálovém složení:

- *SE I* jsou emitovány přímým působením PE ve vzorku,
- *SE II* jsou emitovány BSE, které procházejí EO o poloměru čítajícím řádově polovinu hloubky doletu a snižují rozlišení signálu SE,
- *SE III* vznikají interakcí BSE s vnitřními částmi mikroskopu. Vzhledem ke svému vzniku jsou nosiči materiálového kontrastu, tudíž jsou v detekovaném signálu nejméně žádoucí.

Příspěvky jednotlivých složek signálu je nutné zohlednit při detekci SE. Existují typy a geometrie detektorů, umožňující výrazné potlačení nežádoucí složky SE k signálu, viz kapitola 2.3. Pro studium rozptylových procesů a návrh detekčních systémů je možné počítačově simulovat emisi a následné šíření výše uvedených signálů v komoře mikroskopu.

2.2 Počítačové simulace procesů interakce elektronů s pevnou látkou

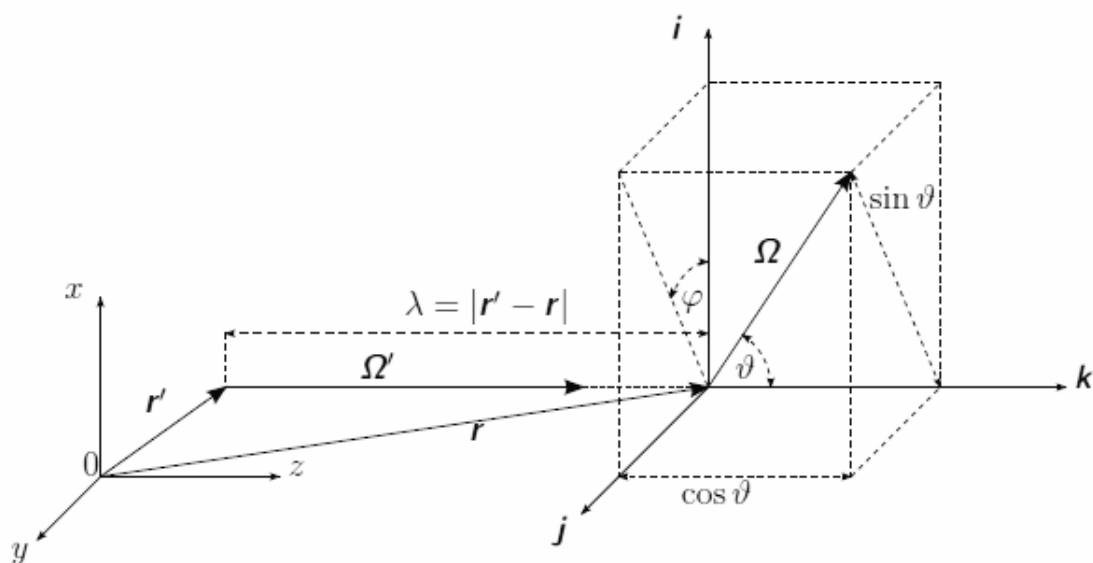
Počítačové simulace využívající metody Monte Carlo (MC) jsou silným nástrojem pro modelování kaskády stochastických procesů, které jsou obtížně řešitelné analyticky. Tyto úlohy zahrnují velké množství hustě větvených dimenzí či procesů, přičemž pravděpodobnost výskytu jednotlivých větví je dána určitou fundamentální pravděpodobností vycházející např. z fyzikálních vlastností daného systému. MC simulace nacházejí uplatnění v řadě aplikací: geofyzika, astrofyzika, fluidní dynamika, bioinformatika a v neposlední řadě při modelování fyzikálních procesů transportu částic pevnou látkou. Programy umožňující simulaci transportu elektronů je možné rozdělit dle počáteční kinetické energie elektronů do dvou základních skupin. V první kategorii jsou programy určené pro simulace elektronů o vysokých energiích 100 keV a více. Tyto programy (Fluka, EGS4, MCNP a GEANT4) se používají v dozimetrii, výzkumu kosmického záření, radioterapii atd. Druhá kategorie programů je specializovaná na simulace energií elektronů do stovek eV a řadí se sem CASINO, MC X-Ray a Penelope.

2.2.1 Monte Carlo simulace transportu elektronů pevnou látkou

První pokusy o studium transportních jevů vycházely z řešení Boltzmanovy transportní rovnice, nicméně tento postup byl aplikovatelný pouze na objemy jednoduchých tvarů a nekonečné či polo nekonečné médium [21]. Rozvoj výpočetní techniky umožnil rozšíření MC metod, které představují účinnou alternativu k řešení problematiky studia transportních procesů.

MC simulace ve fyzice transportních jevů byly poprvé použity k modelování rozptylu a absorpce neutronů v látce. Průchod elektronů pevnou látkou byl poprvé simulován Bergerem [22]. Použití v oblasti RTG mikroanalýzy poprvé publikoval Green [23]. Progres v MC simulacích transportu elektronů nastal s představením Mottových účinných průřezů, které zajistily větší soulad výsledků s experimenty. Následný vývoj výpočetní techniky výrazně urychlil simulace a umožnil realizaci velmi rozsáhlých a komplexních simulací v oblastech elektronové mikroanalýzy, spektroskopie a mikroskopie.

Modelování transportu částic v látce je realizováno simulacemi trajektorií jednotlivých částic procházejících vzorkem na základě stochastické povahy jejich interakcí s okolní látkou, viz Obr. 2.10. Historie neboli dráha částice, je simulována jako náhodná posloupnost transportních událostí, které končí rozptylovou událostí, v rámci níž částice opustí sledovaný prostor, ztratí svou energii, případně je produkována sekundární částice. Výpočty vycházejí z úplného matematického vyjádření pravděpodobnostních vztahů, popisujících základní parametry děje: střední volná dráha daného typu interakce λ , volba typu interakce, ztráta energie W a úhel rozptylu Ω , případně, nastane generace nové částice. Tyto veličiny jsou stochastickými proměnnými s určitým pravděpodobnostním rozložením. Pro volbu hodnot jednotlivých proměnných je potřeba úplná znalost všech procesů, kterými simulovaná částice prochází od svého vzniku až po její absorpci, či opuštění sledovaného systému – tzv. historie částice. Znalost vzájemně nezávislých historií velkého počtu částic umožňuje určení střední hodnoty veličin, charakteristických pro daný děj.



Obr. 2.10: Model rozptylu částice. Částice s původními parametry (poloha r' , směr Ω') projde střední volnou dráhu délky λ na jejímž konci (popsaném ortogonálními souřadnicemi i, j, k) proběhne všeobecná interakce. Částice zde může zaniknout, generovat sekundární částice nebo se rozptýlit [24].

Obečně je algoritmus pro simulaci transportu částic látkou složen z následujících kroků:

- *Emise primární částice* – počáteční parametry polohy r' , směru Ω' a energie W' částice jsou definovány na základě hustoty pravděpodobnosti $f(r', \Omega', W')$ použitého zdroje (viz. Obr. 2.10).
- *Transport částice* – výpočet střední volné dráhy λ nezbytný pro stanovení polohového vektoru r nového transportního bodu $r = r' + \lambda \Omega'$.
- *Test konce* – analýza polohy bodu, zda není mimo sledovaný systém.
- *Druh interakce* – na základě celkových účinných průřezů jednotlivých interakcí je náhodně zvolen typ interakce, případně je proveden výpočet ztráty energie a stanoven počet sekundárních částic s jejich následnou parametrizací (stanovení rozptylového úhlu θ , azimutálního úhlu φ , případně dalších relevantních parametrů).
- *Uložení sekundárních částic do zásobníku*.
- *Pokračování transportu primární částice* – simulace pokračuje sledováním první částice až do jejího pohlcení, či opuštění sledovaného objemu.
- *Simulace transportu sekundárních částic* – postupně jsou ze zásobníku odebírány a simulovány částice dle výše uvedených kroků.
- *Konec výpočtu* – simulace končí vyprázdněním zásobníku a vyhodnocením sledovaných parametrů, tzv. tally.

Rozptylové události jsou modelovány prostřednictvím operací s náhodnými čísly, transformací náhodné veličiny s rovnoměrným rozložením v intervalu $[0,1]$ na veličinu, charakterizovanou diferenciálním účinným průřezem. Generátory používané pro MC simulace jsou založeny na aritmetických procedurách. Nejčastěji je používána metoda inverzní funkce, či zamítací metoda [25]. V rámci těchto metod jsou náhodná čísla generována pomocí speciálních rekurentních vzorců. Jedná se o generaci tzv. pseudonáhodných čísel, u kterých je nutné statistickými testy kontrolovat, zda-li není výstup zatížen malou perioditou (čísla se brzy opakuji) a seriální korelací (sousední nebo vzdálenější členy jsou korelované).

2.2.2 Dostupné programy

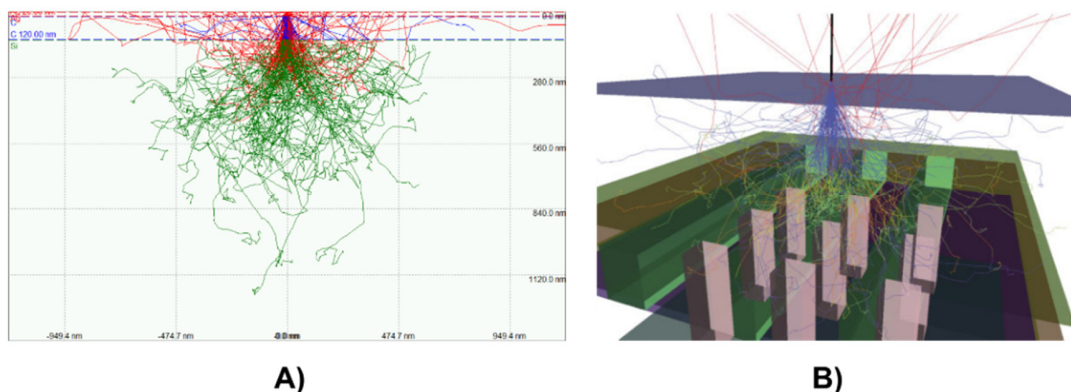
Programy pro MC simulaci transportu elektronů pevnou látkou byly hledány dle následujících kritérií:

- možnost simulovat rozptyl elektronů s energií 20 keV a méně,
- možnost charakterizovat a simulovat složitější vzorky (sloučeniny a kompozity),
- možnost simulovat vrstvy malých tloušťek (jednotky nm),
- možnost volby výstupu a jeho následného zpracování.

Na základě výše uvedených parametrů byly vybrány programy CASINO, MC X-Ray a Penelope. Ve výběru jsou zastoupeny jak jednodušší programy, mající grafické rozhraní, tak i komplikovanější program, u kterého jsou vstupní data zadávána formou skriptů v jazyce FORTRAN77. Pro následný popis programů budou použity termíny *zdroj PE* - jsou zde definovány parametry zdroje elektronů dopadajících na *vzorek* - objekt z definovaného materiálu a s definovanou geometrií; *detektor* - část programu, která sleduje a uchovává informace o průběhu rozptylového procesu a jeho produktech.

A) CASINO

Program CASINO (monte CARlo SIMulation of electroN trajectory in sOLids) byl vyvinut na Univerzitě de Sherbrooke v Kanadě a prvně byl prezentován týmem Hovington, Drouin, & Gauvin v roce 1997 [26,27,28]. Program je koncipován jako uživatelsky nenáročný nástroj k interpretaci obrazového výstupu a mikroanalýzy v REM. Algoritmus je speciálně navržen pro simulace nízkoenergiových interakcí v rozsahu 0,1 – 30 keV v objemových a tenkých vzorcích, s možností generace BSE, SE a fotonů RTG záření. V současné době jsou volně k dispozici dvě verze programu (CASINO v2.48, CASINO v3.2) pro 2D a 3D simulace viz. Obr. 2.11-A a Obr. 2.11-B. Pro komplexní simulace složitých vzorků je možné importovat 3D modely z řady CAD softwarů ve formátu 3DS.



Obr. 2.11: Ukázka programu A) CASINO v2.48 – simulace průchodu elektronů s energií 20 keV multivrstvou (20 nm Ag + 120 nm C) na Si substrátu B) CASINO v3.2 – ukázka simulace CMOS návrhu.

Algoritmus programu byl u obou verzí postaven na modelu jednotlivých rozptylových událostí, tzv. single scattering modelu, který počítá všechny interakce průchodu elektronů vzorkem, nezávisle na jejich důležitosti. CASINO poskytuje alternativní volbu fyzikálních modelů pro simulace nízkých energií. Klasický Rutherfordův účinný průřez pro pružný rozptyl je nahrazen Mottovým [29]. Pro stanovení brzdné síly jsou k dispozici tabelované hodnoty vycházející z experimentálních měření [30], nebo je možné použít analytické vyjádření. Postupný pokles energie elektronů je simulován do energie 50 eV. Limitní hodnoty je možné snížit, poté však modely dostupné v tomto programu nemají dostatečnou přesnost.

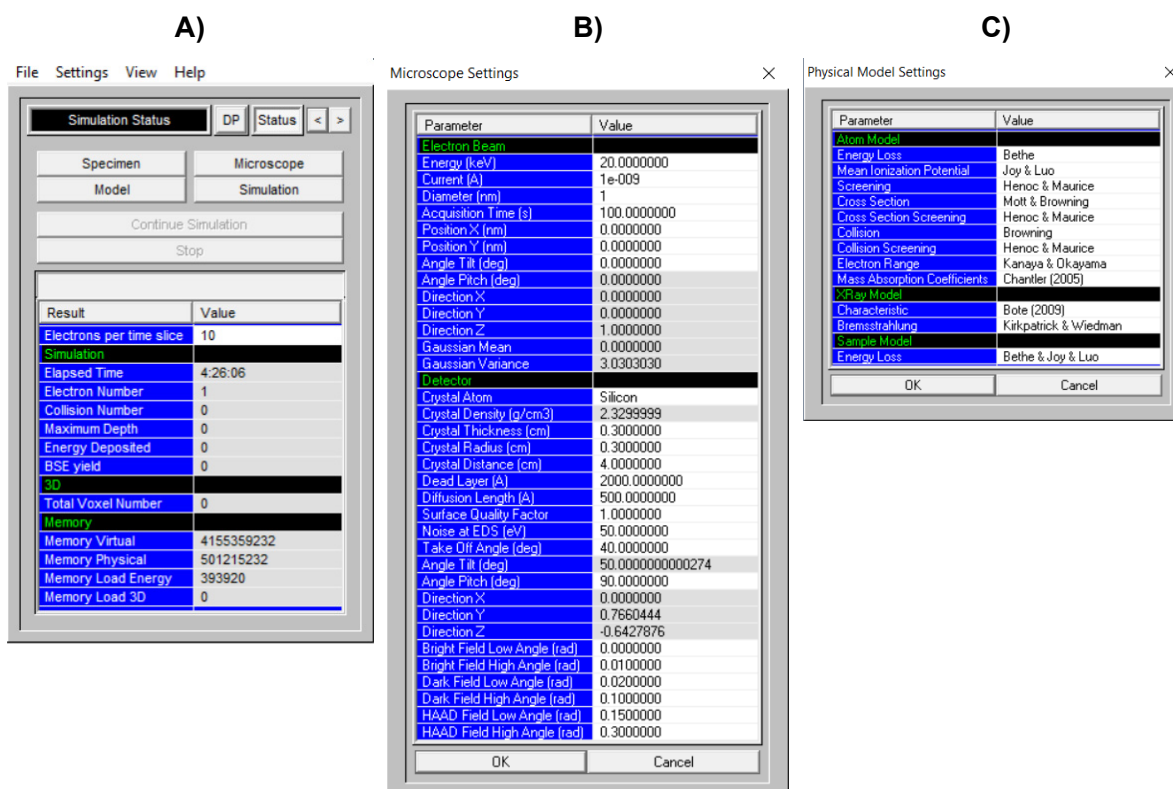
Program CASINO má pevně dané výstupy simulací poskytující informace o:

- maximální penetrační hloubce elektronů ve vzorku,
- množství absorbované energie a její distribuce v objemu vzorku,
- emisi BSE s úhlovou a energiovou distribucí,
- množství prošlých elektronů a jejich energiové distribuci,
- generaci RTG záření (možnost volby pozice detektoru vůči vzorku).

Výše uvedené výstupy jsou primárně k dispozici v grafické formě. Program nabízí i možnost exportu tzv. “raw” dat, ale možnosti zpracování jsou omezené.

B) MC X-Ray

Tento program je vyvíjen týmem McGill Electron Microscopy Research Group vedeným prof. Gauvenem a je v podstatě rozšířením předcházejících MC programů tohoto autora (*CASINO* a *Win X-Ray*) [31]. Program MC X-Ray je určen pro přesnou predikci kompletního RTG spektra a simulaci energiově disperzní analýzy v REM. Základy MC simulace rozptylu elektronů v pevné látce byly oproti Casinu aktualizovány o nové modely [32] a rozšířeny o analytický model, zpracovávající již získaná RTG spektra. Tento princip byl prvně prezentovaný programem Desktop Spectrum Analyzer (DTSA) [33], jehož poslední verze je dostupná na stránkách National Institute for Standards and Technology [34]. Kombinace těchto dvou přístupů by měla zajistit přesnější simulaci emise RTG spekter z různých vzorků a také pomoci s vyhodnocením výsledků reálných analýz. Program MC X-Ray umožňuje simulovat až 256 oblastí různých materiálů a geometrií a velmi přesně specifikovat parametry svazku PE a detektoru, viz Obr. 2.12-B.



Obr. 2.12: MC X-Ray A) Hlavní okno programu B) Ukázka možností nastavení zdroje PE C) Přehled přednastavených fyzikálních modelů s možností jejich změny.

Programu MC X-Ray zůstalo jednodušší grafické uživatelské rozhraní program, viz Obr. 2.12. Byly rozšířeny možnosti definice vstupních parametrů simulací a zadání formou skriptů. Výstupy programu byly rozšířeny, ale stále jsou pevně dány a není možné jejich rozsah měnit. Program umožňuje simulovat 3D komplexní geometrie vzorků a nově také poskytuje výsledky v 3D.

C) Penelope-2008

Penelope (PENetration and Energy LOss of Positrons and Electrons) je univerzální program pro simulaci kombinovaného transportu elektronů a fotonů v pevné látce. Program je vyvíjen na Universitat de Barcelona ve Španělsku a pro nekomerční využití je volně dostupný prostřednictvím organizací OECD Nuclear Energy Agency Data Bank a Radiation Safety Information Computational Center [35].

Simulační algoritmus je založen na rozptylovém modelu, který pro různé interakční mechanismy kombinuje numerické databáze s analytickými modely účinných průřezů a je aplikovatelný pro rozsah energií elektronů 50 eV až 1 GeV. Interakční mechanismy, se kterými Penelope pracuje, jsou:

- pružný rozptyl,
- nepružný rozptyl,
- emise RTG
- anihilace pozitronu,
- ionizace vnitřních elektronových hladin,
- Rayleighův a Comptonův rozptyl fotonů,
- foto-elektrický jev,
- produkce páru elektron-pozitron.

Transport fotonů je zpravidla simulován tzv. detailní procedurou, při níž jsou interakční události v historii částice simulovány chronologicky. Transport elektronů a pozitronů je simulován tzv. kombinovaným algoritmem, kdy jsou interakce děleny na tzv. slabé a tvrdé. Jen tvrdé interakce mající rozptylový úhel θ a ztrátu energie W větší než předvolené hraniční parametry θ_c a W_c , jsou simulovány detailně, krok za krokem.

Dráha, kterou projde částice mezi tvrdými interakcemi a na přechodech mezi rozhraními je generována jako série kroků limitované délky [36].

Jádro systému je tvořeno souborem podprogramů psaných v jazyku FORTRAN77. Geometrické operace a sledování relevantních veličin jsou definovány v hlavním programu, který je vytvořen uživatelem. Součástí distribuce programu jsou vzorové příklady hlavního programu (Penslab, Pencyl a Penmain). Geometrie vzorku, materiálové složení a inicializace vstupních parametrů simulace (počet částic, definice zdroje částic a volba sledovaných parametrů) jsou definovány odděleně v odpovídajících datových souborech (*.geo, *.mat, *.in).

Základní kód programu je otevřený, detektory je možné nově definovat dle specifických potřeb simulací, nebo je možné využít předdefinované detektory, které sledují následující výstupy:

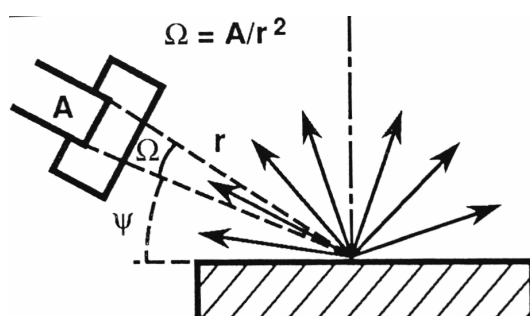
- emise BSE ze vzorku
- energiová distribuce BSE
- dávka a distribuce energie absorbované ve vzorku

Program Penelope je schopný zpracovat i komplikované 3D vzorky. Výstupy simulací jsou k dispozici v číselné formě, grafické zpracování je nutné realizovat dodatečně.

2.3 Detekce signálních elektronů

Detekční systémy v REM zajišťují sběr signálních elektronů a následný převod na elektrický signál pro získ především obrazové informace o sledovaném vzorku. Následnou analýzou koeficientů emise, energiové distribuce, úhlového rozložení emise či vzájemnou kombinací těchto faktorů lze získat mnohé další, nikoli pouze obrazové informace o zkoumaném vzorku. Jak již bylo popsáno, SE a BSE se neliší pouze svojí energií, ale také úhlovým rozložením emise a jejich závislostí na materiálu, pozici a povaze vzorku. S ohledem na typ detekovaného signálu a požadované informace o vzorku, detekční systém je volen dle následujících faktorů:

- *Pozice detektoru vůči svazku PE* je dána tzv. sběrovým úhlem ψ definovaným jako úhel mezi studovaným objektem a středem aktivní plochy detektoru.
- *Velikost aktivní plochy detektoru* je charakterizována prostorovým úhlem Ω , který je dán poměrem plochy povrchu detektoru vůči čtverci radiální vzdálenosti bodu dopadu PE, viz Obr. 2.13).
- *Účinnost detektoru* sleduje schopnost převodu signálu elektronů dopadajících na aktivní plochu detektoru na užitečný signál. Tento parametr zpravidla závisí na energii a množství dopadajících elektronů.
- *Šířka pásma detektoru/zesilovače* odpovídá frekvenčnímu rozsahu signálu, který je detektor schopný zpracovat.



Obr. 2.13: Charakteristické parametry detektoru.

Z řady signálů emitovaných ze vzorku v REM je klíčová detekce BSE a SE. Následující výčet a popis základních a v současné době nepoužívanějších detekčních systémů bude omezen pouze na tento typ signálů. Vzhledem k zaměření dizertační práce, bude přehled současného stavu detekčních systémů věnován primárně scintilačním detektorům a principu jejich činnosti.

2.3.1 Hlavní parametry detektorů

Požadavky, které musí účinné detekční systémy splňovat z fyzikálního hlediska, jsou následující:

- vysoká účinnost energiové přeměny,
- velká šířka pásma (nad 10 MHz) umožňující rastrování PE televizní frekvencí,
- velký dynamický rozsah (min. $1:10^6$) umožňující zesílení signálu bez saturace detektoru,
- nízký šum detektoru,
- odolnost proti prudkým změnám tlaku a vysoké vlhkosti, dlouhá životnost.

Nedílnou součástí signálu v REM je šum, jehož zdrojem jsou PE, signální elektrony i samotný detektor. Kvalita obrazového výstupu je charakterizována parametrem poměr signálu od šumu (signal to noise ratio SNR nebo S/N). Závislost SNR na kvalitě detekčního systému a jeho sběrové účinnosti popsali Baumann a Reimer [37]. Frank a Al-Ali [38] představili možnost stanovení parametru SNR na základě srovnání dvou snímků pořízených z totožného místa. Výpočet je založen na zpracování křížových korelačních koeficientů (tzv. cross-correlation coefficient) ze dvou po sobě jdoucích snímků. Na základě této práce byl vytvořen výpočetní program SMART [39] umožňující stanovení SNR z výpočtu variancí, kovariancí a korelací mezi po sobě jdoucími řádky jednoho snímku dle vztahu

$$SNR = \frac{R_n}{1-R_n}, \quad (23)$$

kde

$$R_n = \frac{[(X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})]}{[(X_i - \bar{X})^2(Y_i - \bar{Y})^2]^{\frac{1}{2}}} = \frac{cov(X,Y)}{\sqrt{var(X)var(Y)}}, \quad (24)$$

kde X_i , Y_i reprezentují úroveň šedi i -tých pixelů v po sobě jdoucích řádcích.

Úroveň šumu v získaném obraze je výrazně závislá na detekčním systému. Pro charakteristiku detekčního systému (nezávisle na jeho typu a pozici v REM) se používá parametr detekční kvantové účinnosti (detective quantum efficiency - DQE).

DQE udává, jak efektivně může daný detekční systém produkovat obraz s určitou hodnotou SNR vzhledem k ideálnímu detektoru [40].

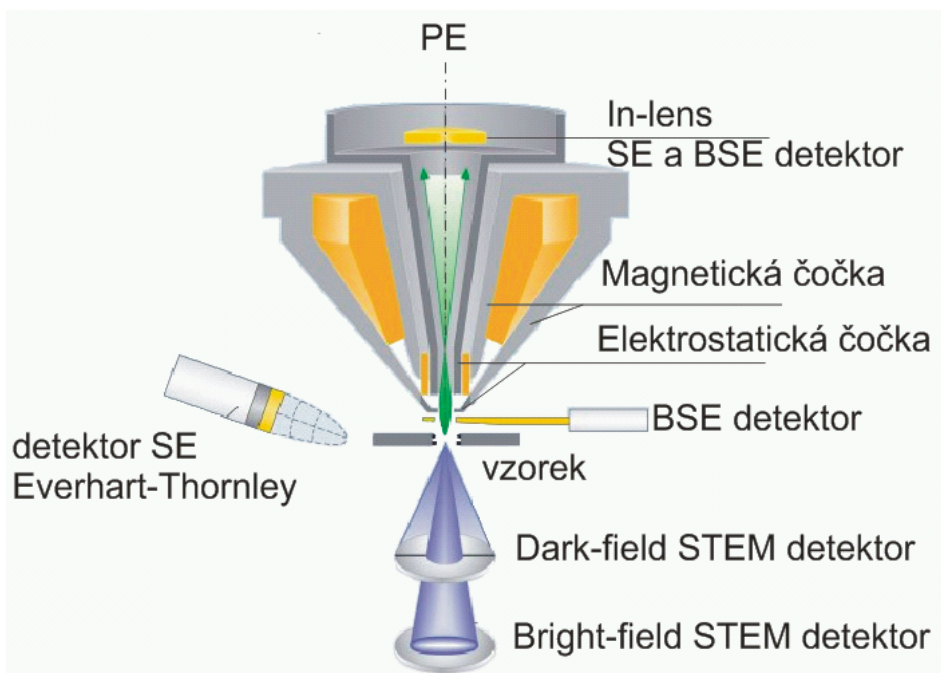
$$DQE = \frac{SNR_{exp}^2}{SNR_{theor}^2}, \quad (25)$$

kde SNR_{exp} je poměr signál/šum na výstupu detektoru a SNR_{theor} teoretická hodnota z ideálního detektoru. Tento vztah vyjadřuje schopnost detektoru přenést obraz s určitým šumem ze vstupu na výstup.

DQE je ideální parametr pro posouzení celkové kvality detektorů, bohužel však dostatečně nevypovídá o jejich slabinách. Pro případnou analýzu je nutné detektor rozdělit do více částí dle obsažených funkčních bloků. Následně mohou být vypočteny vlastnosti jednotlivých součástí a stanovena jejich kvalita, případně po uplatnění konvoluce stanoveny vlastnosti celého detektoru.

2.3.2 Detektory signálních elektronů

Existuje řada detektorů signálních elektronů pro REM, viz. Obr. 2.14.



Obr. 2.14: Schematické zobrazení pozice detektorů v REM.

Detektory je možné dělit dle následujících kritérií:

- Dle pozice v mikroskopu
 - o v komoře vzorku (detektor SE bývá umístěn v boční části komory vzorku, detektor BSE pod pólovým nástavcem)
 - o v tubusu mikroskopu tzv. in-lens/in-column – uvnitř objektivové čočky (detekce SE i BSE).
 - o pod vzorkem je umístěn detektor prošlých elektronů zobrazených technikou rastrovací transmisní elektronové mikroskopie tzv. STEM.
- Dle principu detekce
 - o Scintilačně-fotonásobičový systém pracující na principu energiové přeměny elektron – foton ve scintilátoru (detekce SE i BSE)
 - o Polovodičový „Solid state“ detektor je zpravidla tvořený PIN diodou. Průchodem detekovaných elektronů jsou zde generovány páry elektron-díra (detekce BSE). Polovodičové detektory jsou v současné době značně rozšířeny díky snadné výrobě, tvarové a konstrukční variabilitě (více segmentové detektory) a s tím spojené nižší ceně. Mají však nižší frekvenční odezvu systému, menší SNR a malou citlivost pro nízkoenergiové elektrony (pod 5 kV). Určitého zlepšení bylo dosaženo záměnou klasického PN přechodu za PIN strukturu, kterou prezentovala Müllerová a další [41]. V současnosti je patrný postupný návrat ke scintilačním detektorům.
 - o Kanálový „Multi-Chanel-Plate“ detektor pracující na principu násobení detekovaného signálu SE emisí (detekce SE)

3. Současný stav detekce signálních elektronů scintilačním detektorem

Vzhledem k tomu, že práce se zabývá problematikou optimalizace scintilačního detektoru pro detekci nízkoenergiových signálních elektronů v elektronové mikroskopii, se tato kapitola podrobněji věnuje přehledu současného stavu detekce signálních elektronů tímto typem detektoru. Scintilační detektor je jedním z detektorů, které splňují požadavky na velkou šířku pásma a nízký šum je kombinace scintilačního detektoru a fotoelektrického násobiče. Detektor pracující na principu zdvojené transformace energie typu elektron-foton-elektron byl prvně představen Everhartem a Thornleym [42] a primárně byl určen pro detekci SE. Základní komponenty tohoto detektoru jsou scintilátor, světlovod a fotonásobič. Fotony emitované luminiscenčními centry scintilátoru jsou světlovodem odváděny k fotoelektrickému násobiči, umístěnému nejčastěji vně komory vzorku. Fotonový tok přiváděný na fotokatodu fotoelektrického násobiče je zpětně konvertován na elektrony a soustavou dynod zesílen. Jednotlivé části scintilačního detektoru a modifikace určené pro detekci SE a BSE budou detailně rozepsány v následujících podkapitolách.

3.1 Scintilátor

Vstupní a hlavní částí scintilačního detektoru je scintilátor, materiál schopný po dopadu elektronu emitovat kvanta elektromagnetického záření charakteristické vlnové délky, jejichž množství je úměrné energii signálního elektronu. Tento děj se nazývá katodoluminiscence (CL).

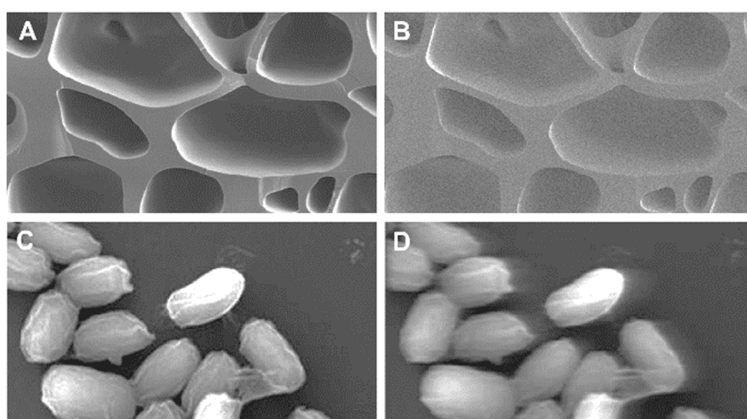
V počátcích vývoje byly scintilační materiály používány k detekci rozptylu vysokoenergiových α částic nebo β a γ paprsků na základě sledování viditelných záblesků [43]. Až vývoj citlivých fotonásobičů umožnil detekci částic s nižšími energiemi, které nevyvolávaly vizuální záblesky. Od roku 1960, kdy byly vyvinuty nové plastické scintilátory se objevují první aplikace v detekci nízkoenergiových elektronů [44,45].

Kvalita scintilátorů pro REM je hodnocena dle následujících parametrů

- *CL účinnost* – udává účinnost energetické přeměny elektron-foton a je dána podílem celkové energie emitovaných fotonů E_f vůči absorbované energii E .

$$S = \frac{E_f}{E} \quad (26)$$

Na tento parametr jsou v REM kladeny vysoké požadavky, protože přímo ovlivňuje kvalitu získaného obrazu, respektive SNR. Vliv CL účinnosti v praxi je demonstrován na Obr. 3.1-A), kde je detekován signál při použití scintilátoru s vysokou účinností, na rozdíl od Obr. 3.1-B). V praxi je CL účinnost vyjádřena jako relativní veličina vztažená ke vhodnému všeobecně používanému scintilátoru, např. NaI:Tl (jodid sodný aktivovaný thaliem).



Obr. 3.1: Znázornění vlivu CL účinnosti a doby doznívání na kvalitu výsledného obrazu v REM.
A) vysoká CL účinnost, B) nízká CL účinnost, C) krátká doba doznívání, D) dlouhá doba doznívání. [46].

- *Doba náběhu a doznívání CL děje* – dalším parametrem, kritickým pro použití v REM je doba doznívání, která udává časový interval mezi koncem excitace a poklesem intenzity CL na hodnotu e-krát nižší. Pro praktické použití musí být doba doznívání kratší než 100 ns, mají-li být využity televizní frekvence ke snímání obrazu bez omezení rozlišovací schopnosti. Vliv doby doznívání je zobrazen na Obr. 3.1-C) a D).
- *CL spektrum* – popisuje spektrální rozložení emitovaného světla, je ovlivněno aktivátory, defekty v materiálu a jejich povahou (vliv na členitost spektra). Ze znalosti emisního spektra se vychází při volbě fotokatody s odpovídající spektrální citlivostí a světlovodu s odpovídající spektrální propustností.

- *Vlastní absorpce světla* – je parametr důležitý zejména v aplikacích, kde emitované světlo prochází tlustou vrstvou scintilátoru (např. BSE detektory). Vlastní absorpci lze vypočítat numerickou integrací součinu intenzity emise a střední propustnosti přes všechny dráhy světelného paprsku uvnitř monokrystalu, za předpokladu, že luminiscenční centra emitují všemi směry stejně [45].
- *Odolnost proti poškození zářením a životnost* – tímto parametrem se rozumí zachování neměnného světelného výtěžku scintilátoru i v případě dopadu signálních elektronů o maximálně možné používané hodnotě proudové hustoty a urychlovacího napětí elektronů. Pokles životnosti scintilátoru se projevuje snížením světelného výtěžku a s tím spojeným snížením SNR, zhoršením kontrastu a rozlišovací schopnosti v obrazu.

3.1.1 Druhy scintilátorů a jejich vlastnosti

Základní dělení scintilátorů z hlediska materiálu:

- *Plastické scintilátory* vynikají velmi krátkou dobu dozívání a vysokou účinností. V REM však nejsou běžně používány kvůli nízké odolnosti vůči radiačnímu poškození. Občas používaným zástupcem je např. NE 102A [47].
 - *Skleněné scintilátory* jsou ve srovnání s plastovými scintilátory cca 11x odolnější vůči radiačnímu poškození, ale mají o 40% menší světelný výtěžek a v REM nenašly uplatnění [48].
- *Krystalické scintilátory* jsou velmi odolné vůči radiačnímu poškození a jsou ideální pro detekci v REM. Tento typ scintilátorů je možné dělit do následujících podskupin:
 - o *Organické monokrystal* - jediným zástupcem je antracén, který vzhledem ke svým hygroskopickým vlastnostem nenašel uplatnění v REM.
 - o *Anorganické monokrystal* jsou v REM nejpoužívanější skupinou scintilátorů. Hlavními představiteli jsou yttrio-hlinitý granát aktivovaný cerem (YAG:Ce), yttrio-hlinitý perovskit aktivovaný cerem (YAP:Ce).
 - o *Práškové krystalické scintilátory* jsou druhou nejrozšířenější skupinou scintilátorů v REM. Hlavním zástupcem je křemičitan yttritý aktivovaný cerem (P47), který je také často používán v detektorech SE.

Byla vyvinuta řada velmi účinných scintilátorů např. $\text{LaBr}_3(\text{Ce})$, mnohé z nich však jsou hygroskopické, což limituje jejich použití v elektronové mikroskopii. Nejčastěji jsou používány monokrystaly YAG:Ce, YAP:Ce. Další typy scintilátorů různých výrobců, jejichž vlastnosti jsou vhodné pro použití v REM, jsou uvedeny v Tab. 3.1.

Tab. 3.1: Základní vlastnosti monokrystalických scintilátorů (data byla získána z www stránek jednotlivých výrobců, viz vysvětlivky).

Název	Chemický vzorec	Světelná účinnost [%] (vůči Na:TI)	Doba doznívání [ns]	Emisní maximum [nm]	Index lomu [-]	Hustota [gcm^{-3}]	Výrobce (čísla viz vysvětlivky)
CRY18	-	80	45	425	1,8	4,5	9
CRY19	-	75	41	420	1,81	7,1	9
GAGG:Ce	$\text{Gd}_3\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}:\text{Ce}$	130	88	520	-	6,7	2, 8, 10
LaBr:Ce	$\text{LaBr}_3:\text{Ce}$	130 ~ 170	17 ~ 25	360 ~ 385	-	4,9 ~ 5,3	8
LSO:Ce	$\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$	75	< 40	410	1,82	7,3 ~ 7,4	8
LuAG:Ce	$\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$	40 ⁸ , 20 ⁹	70	530	1,84	6,73	4, 8, 9, 10
LuAG:Pr	$\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Pr}^{3+}$	53	≤ 20	310	-	6,7	8, 9
LuAP:Ce	$\text{LuAlO}_3:\text{Ce}$	32	≤ 20	380	-	7,44	8, 9
LYSO	$\text{Lu}_{1,8}\text{Y}_{0,2}\text{SiO}_5(\text{Ce})$	65 ~ 75	≤ 45	410	1,82	7,15	2, 3, 6, 8
P47	$\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$	60	30	390 - 415	-	-	5
YAG:Ce	$\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$	40	80	550	1,82	4,55	2, 3, 4, 6, 10
YAP:Ce	YAlO_3	70	25	370	1,95	5,3	1, 2, 3, 4, 8, 9
YSO:Ce	$\text{Y}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$	120	50-70	420	1,8	4,5	2, 8, 10

Vysvětlivky:

1 – Crystaltechno (<http://www.crystaltechno.com>)

2 - Epic-Crystal (<http://www.epic-crystal.com>)

3 - Hilger Crystals (<http://www.hilger-crystals.co.uk>)

4 - Marketch International Inc. (<https://mkt-intl.com>)

5 - M.E. Taylor Engineering Inc. (<https://semicro.org>)

6 - Saint-Gobain Crystals (<http://www.crystals.saint-gobain.com>)

7 – Scintacor (<https://scintacor.com>)

8 - Kinheng Crystals (<http://www.kinheng-crystal.com>)

9 – Crytur (<http://www.crytur.com>)

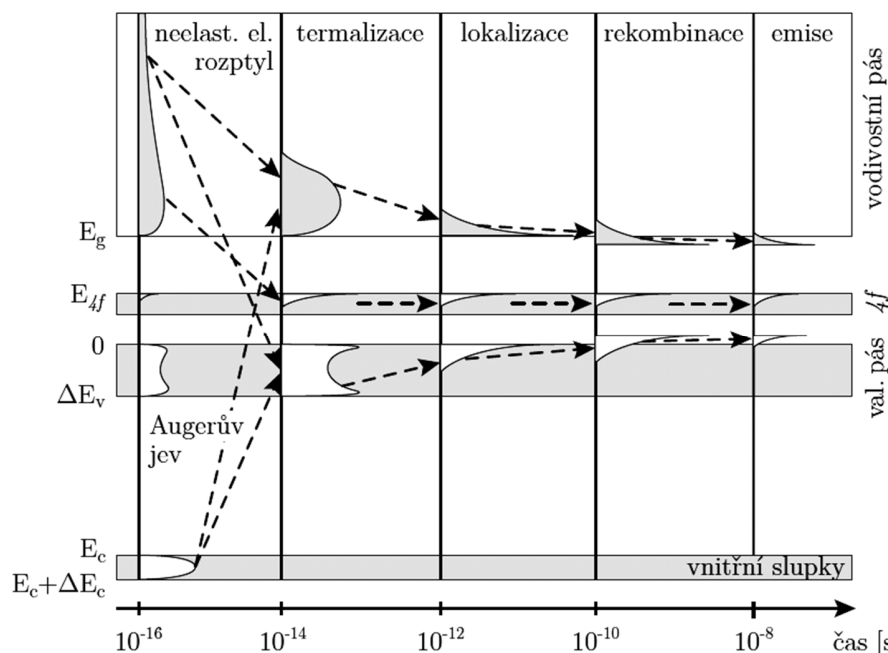
10 – AMCRYS (<http://www.amcrys.com>)

Srovnání v Tab. 3.1 ukazuje, že z hlediska světelné výtěžnosti jsou pro použití v REM ideální scintilátory typu YAP:Ce a CRY18.

Charakteristické emisní maximum monokrystalu YAP:Ce ležící na hranici ultrafialové (UV) a viditelné oblasti spektra klade zvýšené nároky na vhodný světlovod a spektrální citlivost fotokatody, které jsou spojeny s vyššími pořizovacími náklady. Také pořizovací náklady monokrystalu CRY18 jsou vysoké, tudíž nejpoužívanějším monokrystalem je YAG:Ce nehledě na jeho nižší světelnou výtěžnost.

3.1.2 Mechanismus CL scintilačních monokrystalů

Mechanismus CL scintilátoru, jehož časový vývoj je znázorněn na Obr. 3.2 je iniciován excitací elektronů. Na základě Augerova jevu a nepružného elektron-elektronového rozptylu signálních elektronů s látkou scintilátoru dochází ke generaci elektronů ve vodivostním pásu a děr v pásu valenčním. Po skončení multiplikace excitací jsou elektrony/díry na základě elektron-fononové interakce relaxovány na dno vodivostního/strop valenčního pásu. Následuje termalizace nosiče náboje a lokalizace elektronových excitací interakcí center s příměšovými atomy příp. defekty a nečistotami. Povaha center určuje časový průběh jednotlivých lokalizačních dějů a různé typy center mají vliv na neexponenciální průběh dozínání luminiscenčního záření. Kromě excitovaného buzení přes zakázaný pás může nastat i přímé optické buzení luminiscenčních center tvořených příměšovými dopanty tzv. aktivátory.



Obr. 3.2: Časový vývoj CL scintilačních monokrystalů dopovaných ionty vzácných zemin (Ce³⁺) [50].

Zářivá rekombinace páru elektron-díra může probíhat na základě řady procesů, které se v látce vyskytují současně s různou pravděpodobností. Mezi základní mechanismy, které jsou specifické pro emisi scintilátorů patří:

- přímá zářivá rekombinace (velmi malá pravděpodobnost výskytu)
- excitonová emise (založená na přítomnosti defektních potenciálů neboli center ve valenčním a vodivostním pásu)
- luminiscence aktivačních iontů.

Vhodná aktivace scintilátorů příměsovými atomy a ionty výrazně přispívá ke zlepšení optických a luminiscenčních vlastností. Nejčastější bývá aplikace iontů vzácných zemin, třímocných iontů lantanoidů Ce^{3+} - Yb^{3+} [50].

3.1.3 Vodivá vrstva na povrchu scintilátoru

Aktivní strana scintilátoru (strana dopadu signálních elektronů) musí být pokryta tenkou vodivou vrstvou pro odvod elektrostatického náboje z povrchu scintilátoru, na kterou je v případě detekce SE přivedeno vysoké napětí 10 kV. Nevhodná volba tloušťky nebo materiálu vodivé vrstvy může zapříčinit snížení detekční účinnosti detektoru. Příliš tenká vrstva s nedostatečnou vodivostí způsobí nežádoucí nabíjení scintilátoru a nedostatečné urychlení SE. V příliš tlusté vrstvě bude docházet k velkým energiovým ztrátám vlivem absorpce ve vrstvě a emisí BSE z vrstvy. Míru ztrát ΔE ve vodivé vrstvě je možné určit z empirického Thomsonova – Whiddingtonova zákona [45]:

$$\Delta E = (E^2 - c\rho t)^{\frac{1}{2}}, \quad (27)$$

kde E je původní energie elektronu, c je tzv. Terrillova empirická konstanta ($c = 4.10^{11} \text{ eV}^2\text{cm}^2\text{g}^{-1}$), ρ je hustota a t udává tloušťku vrstvy. Výpočet energiových ztrát je ve vztahu (27) zjednodušen, tudíž poskytuje pouze orientační hodnoty platné pro tenké vrstvy. Pro přesnější kvantifikaci ztrát je nutno použít MC simulace.

Pro zajištění potřebné homogenity jsou tenké vrstvy na povrchu scintilátoru vytvářeny převážně technikou vakuového naprašování, případně napařování. Komerčně se používají pouze

dva materiály - hliník tloušťky cca 50 nm a vrstva Indium Tin Oxid známá pod zkratkou ITO používaná v tloušťce cca 10 nm.

Vrstva by také měla mít optimální optické vlastnosti pro zajištění vysoké odrazivosti světla excitovaného ve scintilátoru směrem ke světlovodu. Z hlediska optické propustnosti vrstvy, jsou optimální netransparentní vrstvy, které potlačí ztráty zpětnou emisi fotonů ze scintilátoru a zamezí průchodu parazitních fotonů generovaných CL zářením vzorku.

- ITO ($\text{In}_2\text{O}_3\text{-SnO}_2$) – Indium cín oxidové vrstvy jsou elektricky vodivé a opticky transparentní (velmi nízký index absorpce). Oxidy vykazují velmi dobrou tepelnou odolnost a chemickou stabilitu. Absorpční index je pod hodnotou 0,1, index lomu ITO se pro vlnové délky 450-650 nm pohybuje v rozsahu 2-1,85 [51].
- Hliník (Al) – jedná se o kovovou vrstvu s indexem lomu $n = 1 - 1,5$ pro vlnové délky 450-650 nm, má vysokou odrazivost viditelného a UV záření ($R = 77,8 \%$), ale zároveň vysokou absorpci ($k = 3,5$) vzhledem k její vodivosti [52].

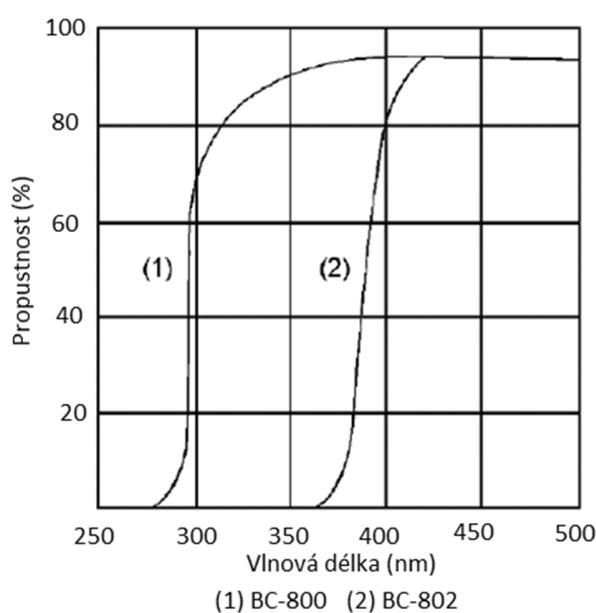
3.2 Světlovod

Světlo vystupující ze scintilátoru je vedeno světlovodem na fotokatodu fotonásobiče, zpravidla umístěnou mimo komoru vzorku REM. Tvar, rozměr a materiál světlovodu musí být volen s ohledem na typ scintilátoru, jeho výstupní rozhraní a polohu v komoře vzorku REM.

Materiály vhodné pro světlovody jsou:

- organické sklo PMMA (Polymethylmethacrylate - $(C_5O_2H_8)_n$),
- optické sklo známé pod názvem B47,
- křemenné sklo (SiO_2),
- safír,
- YAG bez aktivátorů, nevýhodou je jeho vysoký absorpční koeficient.

Pro scintilační detektory se typ použitého světlovodu volí především podle materiálu scintilátoru resp. vlnové délky jeho emisního maxima. Nejčastěji se používá standardní PMMA se spektrální propustností světla od 400 nm případně tzv. UVT verze (dříve firma Bicon, nyní Saint-Gobain Crystals) se spektrální propustností světla i v UV oblasti (propustnost 80 % pro 350 nm, viz Obr. 3.3). Křemenná skla, plně propustná i pro UV záření jsou v důsledku vysoké pořizovací ceny a obtížné opracovatelnost používána jen v nezbytných případech.



Obr. 3.3: Srovnání optické propustnosti PMMA světlovodů značky Bicon (měřeno na vzduchu) [47].

Světlo je světlovodem šířeno na základě totálního odrazu na rozhraní dvou prostředí s rozdílnými indexy lomu (materiál světlovodu a vzduch). Materiál světlovodu musí být dokonale transparentní, s vysokou optickou propustností zejména v axiálním směru. Povrch bývá dokonale vyleštěn a jeho krytím je zamezeno kontaktu s materiálem vyššího indexu lomu případně vysokého absorpčního koeficientu. Účinnost vedení světla C_{SV} je limitována objemovými a povrchovými vlastnostmi světlovodu, viz vztah

$$C_{SV} = KT_3T_4(1 - A_{SV}) \quad , \quad (28)$$

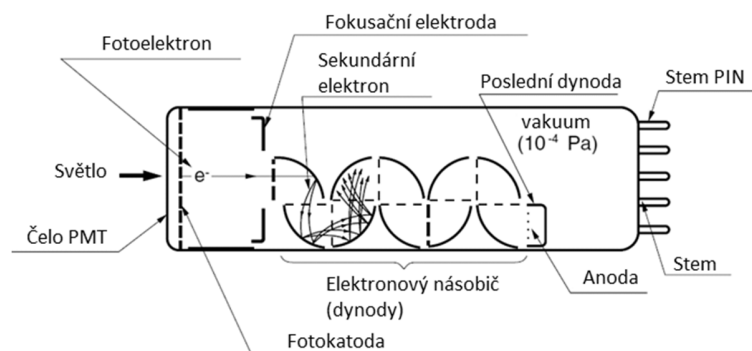
kde T_3 , T_4 udávají optickou propustnost vstupního a výstupního rozhraní světlovodu a v kombinaci s koeficientem K charakterizují povrchově optické vlastnosti, A_{SV} charakterizuje objemové optické vlastnosti a optickou absorpci světlovodu. Ztráty v důsledku nehomogenity materiálu světlovodu a jsou ve vztahu (28) zanedbány [45].

Tvar světlovodu má také významný vliv na účinnost přenosu světla, která se pohybuje v rozmezí 30-70 %. Minimálních ztrát dosahují světlovody používané v SE detektorech, které mají válcový tvar s kolmými podstavami. S rostoucím množstvím hran a složitostí tvarů narůstají povrchově optické ztráty. Tyto ztráty je možné do určité míry kompenzovat nanesením na povrch světlovodu reflexní vrstvu hliníku.

3.3 Fotonásobič

Fotoelektrický násobič neboli fotonásobič (PMT) představuje koncový člen scintilačního detektoru, zajišťující vysoké proudové zesílení vstupního signálu a SNR. PMT je tvořen fotokatodou konvertující fotony na fotoelektrony, fokusačními elektrodami, dynodovým násobícím systémem a anodou, viz Obr. 3.4. Výstupní proud tekoucí mezi anodou a zemí je přímo úměrný proudu fotoelektronů generovaných ve fotokatodě v důsledku dopadu fotonů.

PMT jsou děleny dle pozice fotokatody do dvou kategorií „Side-on“ a „Head-on“. V detekčních systémech REM je používána kategorie Head-on, kde je poloprůhledná fotokatoda deponována na vnitřní straně vstupního okénka. Tento typ PMT pracuje v transmisním módu a vyznačuje se lepší prostorovou uniformitou.



Obr. 3.4: Řez fotonásobičem typu „Head-on“ [53].

Klíčovým parametrem PMT je konverzní účinnost, neboli spektrální citlivost fotokatody, která je závislá na vlnové délce dopadajícího světla a je limitována materiálem fotokatody a vstupního okénka. Spektrální odezva na dlouhé vlnové délky je definována materiálem fotokatody, propustnost krátkých vlnových délek limituje materiál okénka [53]. V případě PMT pro REM bývá materiálem okénka borosilikátové sklo, které propouští záření od infračervené oblasti až do 300 nm. Fotokatody jsou zpravidla tvořeny antimonidy alkalických prvků. Pro spektrální oblast 350 - 500 nm, která je specifická pro užití scintilátorů v REM jsou k dispozici následující materiály:

- Sb-Sc (S11) nejčastěji používaná fotokatoda pro UV i viditelnou oblast světla,
- Cs-K-Sb; Cs-Rb-Sb tzv. bialkalická fotokatoda pracuje v totožném spektrálním rozsahu, ale s větší odezvou v modrém spektru a větší citlivostí,

- Na-K-Sb je vysokoteplotní a nízkošumová bialkalická fotokatoda, schopná funkce až do teplot 200 °C a vhodná pro měření malých světelných intenzit.

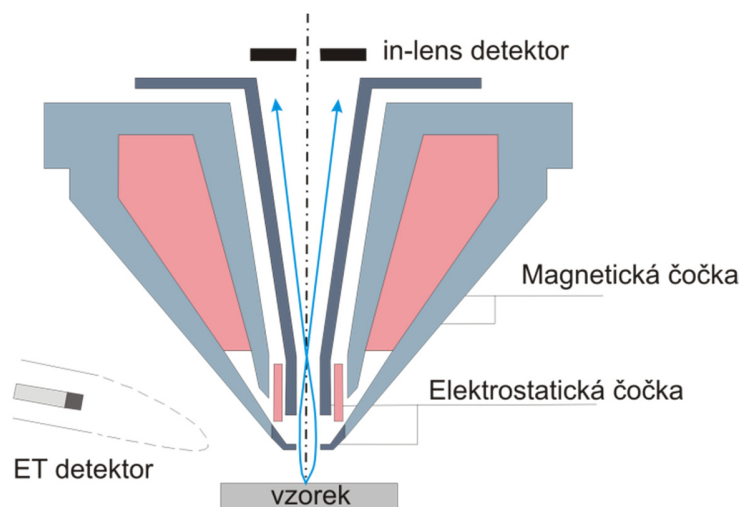
Proud fotoelektronů generovaný ve fotokatodě je následně zesílen násobícím systémem tvořeným 8 - 19 dynodami, jejichž povrch je opatřen povlakem z materiálu s vysokou emisivitou (obvykle SbCs nebo BeO). Násobící systém, ukončený anodou, umožňuje dosáhnout velice vysokého zesílení, až 10^8 proudu fotokatody. Poměr mezi výstupním proudem anody a fotoelektrickým proudem fotonásobiče charakterizuje tzv. zisk fotonásobiče, který běžně nabývá hodnot 0,7-0,8 [54].

Na výstupu PMT je koncový zesilovač, jehož napěťový offset a zisk jsou klíčové parametry detekčního kanálu, jejichž prostřednictvím se nastavuje optimální intenzita signálu, jas a kontrast výsledného snímku.

3.4 Detekce SE

SE jsou emitovány s velmi malou energií. Pro účinnou detekci SE je nutné elektrony od vzorku „odsát“ elektrostatickým nebo elektromagnetickým polem. K detekci SE se zpravidla používají scintilační detektory dvou základních typů, vzájemně se lišící pozicí detektoru v mikroskopu. V komoře mikroskopu, nedaleko vzorku, je umístěn nejpoužívanější typ SE detektoru, tzv. Everhart-Thornley detektor. Je velmi účinný, s velkým SNR a velkou šířkou pásma, řádově 10 MHz. Druhý typ SE detektoru, tzv. in-lens, je umístěn v tubusu mikroskopu a využívá elektromagnetického pole pro detekci SE generovaných v úzké oblasti kolem stopy svazku PE.

Everhartův – Thornleyho (ET) detektor, který vychází z konstrukce popsané v kapitole 3, je primárně určen pro detekci SE. Detektor využívá elektrostatické pole generované kladným napětím řádu stovek V, přivedeným na kolektorovou mřížku, pomocí něhož odsává a urychluje emitované elektrony z povrchu vzorku směrem ke scintilátoru (Obr. 3.5).



Obr. 3.5: Umístění detektorů SE v REM.

Povrch scintilátoru je pokryt tenkou vodivou vrstvou. Na tuto vrstvu je přivedeno kladné napětí v rozsahu 7 - 14 kV dodávající detekovaným elektronům energii pro zvýšení účinnosti energiové přeměny elektron – foton ve scintilátoru. V případě ET detektoru je používána cca 50 nm tlustá vrstva Al, která má dostatečnou elektrickou vodivost a vysokou odrazivost světla. Výhodou je její optická neprostupnost, která zabraňuje detekci CL z komory vzorku. Scintilátory typu YAG:Ce, YAP:Ce nebo práškový P47 bývají ve tvaru kruhové destičky o tloušťce cca

0,5 mm. ET detektor využívá klasické uspořádání scintilačně-fotonásobičového systému, viz kapitola 3. Rozlišení ET detektoru je sníženo jeho schopností detekovat i signál BSE a SE *III*. Dle Autraty [45] je detekovaný podíl SE *III* závislý na materiálu vzorku a může být od 43 % pro lehké prvky, až po 58 % pro prvky s vysokým *Z*. Tyto hodnoty jsou však silně závislé na umístění ET detektoru v komoře vzorku, které je u jednotlivých výrobců odlišné.

Účinného potlačení vlivu parazitního signálu bylo dosaženo umístěním SE detektoru do objektivové čočky. Tento princip detekce se nazývá „in-lens“, „upper“ případně „through the lens“ a je založen na využití elektromagnetického pole generovaného v blízkém okolí imerzního objektivu, které směřuje elektrony do objektivové čočky mikroskopu, kde je umístěn detektor. SE se v elektromagnetickém poli pohybují po šroubovicové trajektorii, jejíž poloměr je dán intenzitou elektromagnetického pole, emisním úhlem a kinetickou energií jednotlivých elektronů. V objektivu jsou SE fokusovány směrem k scintilačně-fotonásobičovému detekčnímu systému. Tento princip je využíván u většiny REM předních světových výrobců. Výhoda tohoto typu detektoru je možnost dosažení vyššího rozlišení než v případě ET detektoru umístěného v komoře vzorku, protože jsou detekovány jen SE *I* a SE *II* vznikající v místě dopadu PE. In-lens SE detektor je určen pro práci s malou pracovní vzdáleností cca 1-2 mm (optimální pracovní vzdálenost pro ET detektor bývá kolem 10 mm).

3.5 Detekce BSE

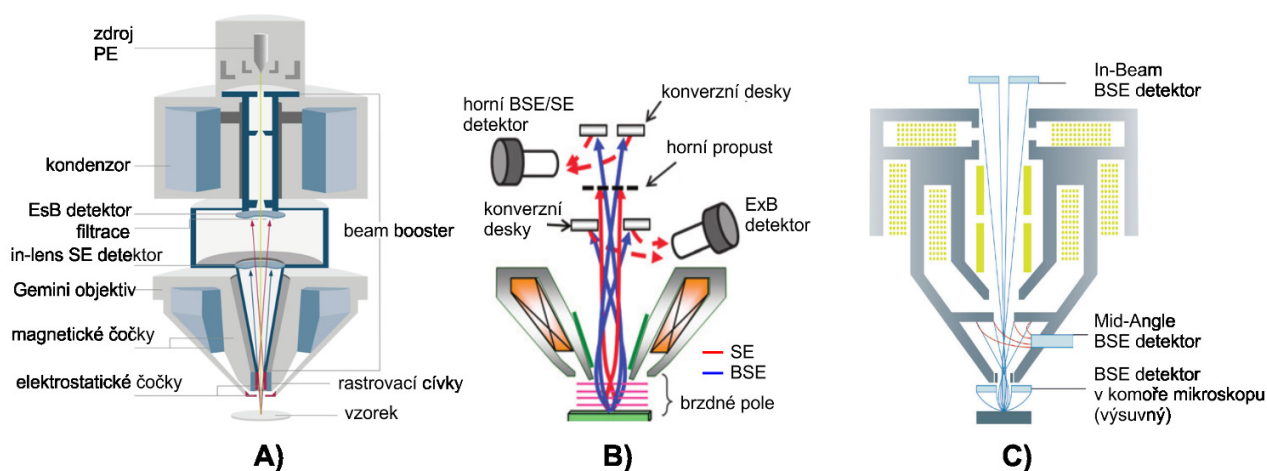
BSE jsou emitovány po přímých trajektoriích s podstatně vyšší energií než SE. Detekce BSE je méně citlivá k nabíjení vzorku, díky čemuž je možné lépe pozorovat nepokovené elektricky nevodivé vzorky. Perspektivní je především v případě použití nízkých urychlovacích napětí PE výhodných pro studium citlivých např. polymerních a biologických vzorků.

Jednodušším typem BSE detektoru je obměněný ET detektor, kde je scintilátor připojen na zemní potenciál a umístěn do blízkosti vzorku [55]. Charakter BSE signálu silně závisí na úhlovém rozsahu, v němž jsou elektrony detekovány. Pro plnohodnotnou detekci jsou zapotřebí detektory pokrývající prostorový úhel emise BSE. Materiálový kontrast charakteristický pro BSE je dostatečně výrazný, jen pokud jsou BSE detekovány v tzv. vysokém úhlu snímání (60° - 90°). V současnosti je standardem dvojí umístění BSE detektorů v komoře vzorku – pod pólovými nástavci a v objektivové čočce příp. tubusu mikroskopu. Detektory mohou být tvořeny polovodiči, kanálkovými násobiči, scintilačně-fotonásobičovým systémem nebo mohou pracovat na principu konverze BSE na SE *III*.

Detektory BSE umístěné v pozici in-lens jsou poskytovány všemi předními výrobci elektronových mikroskopů. Hlavním přínosem je možnost detekce tzv. nízko ztrátových BSE (LL BSE – Low Loss BSE) a energiová filtrace. Firma Zeiss již v roce 2003 představila tzv. detekční koncept Gemini, který umožňuje simultánní detekci SE i BSE pomocí dvou nad sebou umístěných scintilačních detektorů, viz Obr. 3.6-A. Signální elektrony jsou k těmto detektorům urychlovány tzv. beam boosterem, který zároveň zajišťuje zpomalení PE. Signální elektrony jsou selektovány filtrační mřížkou, která umožňuje energiově a úhlově selektivní detekci BSE, tzv. EsB detektor. Selektivní detekce s využitím filtrační mřížky je použita i v tubusu REM firmy Hitachi, viz Obr. 3.6-B. Zde jsou místo scintilačních detektorů použity kanálkové násobiče nebo konverzní desky převádějící signál BSE na SE *III*.

Alternativní řešení úhlově selektivní detekce BSE s názvem TriBETM představila v roce 2016 firma TESCAN Brno, s.r.o. Obr. 3.6-C. Detekční triplet je tvořen klasickým vysunovatelným detektorem umístěným pod pólovým nástavcem, určeným pro detekci v tzv. nízkém úhlu snímání, přinášející především informaci o topografii vzorku. Druhým stupněm je tzv. Mid-Angle detektor umístěný v tubusu mikroskopu, který je určen primárně pro práci s malou pracovní vzdáleností a zobrazuje především materiálový kontrast. Pro axiální BSE detekci je určen třetí detektor v tzv. In-Beam pozici, který je schopen zobrazit čistý materiálový kontrast.

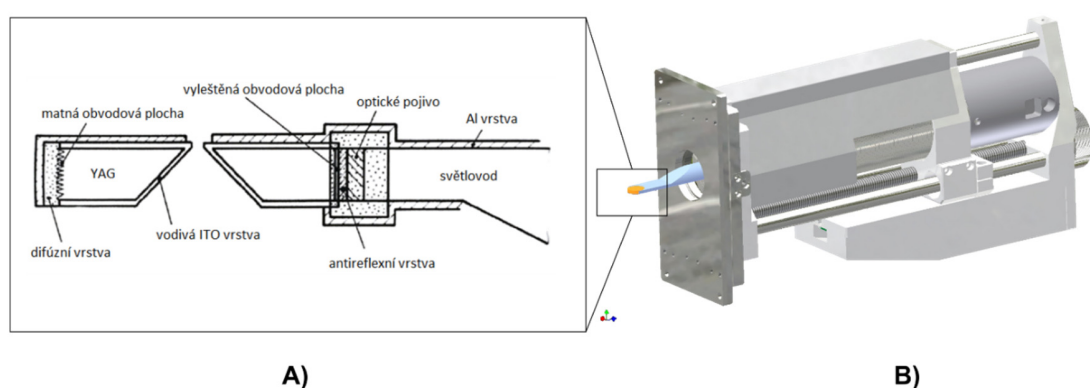
V roce 2016 byl firmou FEI představen nový detekční systém s názvem Trinity, který je celý umístěn v tubusu mikroskopu. Systém je tvořen kombinací scintilačních a polovodičových detektorů T1 – segmentový spodní in-lens detektor, T2 – vrchní in-lens detektor a T3 – in-column detektor. Dle dokumentace je tento detekční systém schopen zobrazit materiálový kontrast za jakýchkoliv pracovních podmínek – malá vzdálenost povrchu vzorku od objektivu, malá energie PE, malý proud svazku PE.



Obr. 3.6: Detekční systémy mikroskopů A) Zeiss Gemini, B) Hitachi SU8200, C) Tescan TriBETM.

Pod pólové nástavce jsou umístěvány výsuvné širokoúhlé prstencové detektory s velkým úhlem sběru. Změnou pracovní vzdálenosti vzorku je možné regulovat úhel snímání. V případě malých pracovních vzdáleností jsou detekovány BSE v nízkém úhlu snímání, poskytující hlavně informaci o topografii povrchu a krystalové orientaci. Informace o materiálovém složení vzorku je malá.

Velká pracovní vzdálenost je vhodná pro detekci BSE ve velkém úhlu, které nesou informaci o materiálovém kontrastu. Mezi nejúčinnější BSE detektory tohoto typu patří scintilační BSE detektory mající rozlišení středního protonového čísla 0,07 [45]. Detektor je tvořen scintilačním monokrystalem (většinou YAG:Ce nebo YAP:Ce) tloušťky cca 2,5 mm, mající tvar zkosené kotoučové desky, který je umístěn pod pólovým nástavcem mikroskopu. Uprostřed detektoru je kónusový otvor o průměru stovek μm až jednotek mm, zajišťující průchod svazku PE (Obr. 3.7-A).



Obr. 3.7: Scintilační detektor BSE s velkým úhlem sběru. A) scintilátor B) příklad realizace detektoru.

Pro eliminaci problémů s nabíjením a následným ovlivňováním PE i BSE, je povrch scintilátoru i otvor ve scintilátoru pokryt vodivou vrstvou. Světlo je ze scintilátoru snímáno z poloviny obvodové stěny kotouče. Tento typ detektoru může omezovat zorné pole mikroskopu, limitovat detekci SE pomocí ET scintilačního detektoru v komoře vzorku a znemožňovat použití menších pracovních vzdáleností. Proto je světlovod se scintilátorem vybaven mechanickým pojezdem pro vysunutí detektoru mimo pólový nástavec (Obr. 3.7-B).

Hlavní směr vývoje detekčních systémů pro BSE cílí na zobrazování při nízkých urychlovacích napětích, která mohou poskytnout čistý materiálový kontrast nebo kanálový kontrast ze správně připravených rovinných vzorků, ale také mohou být zdrojem vysoce kvalitního obrazu topografie vzorků. Cílem je kvalitní BSE detektor schopný pracovat při nízkých energiích PE kolem 1 keV.

4. Seznam použité literatury

- [1] REIMER, L. *Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis*. 2nd ed. Berlin: Springer-Verlag, 1998. 527 s. ISBN 3-54063976-4.
- [2] BOZZOLA, J.J.; RUSSELL, L.D. *Electron microscopy: principles and techniques for biologists*. Jones & Bartlett Learning, 1999. 680 s. ISBN 978-0763701925.
- [3] HUDEC, J.; NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E. Nano-struktura přirozeného a vodivou vrstvou pokrytého povrchu epoxidové pryskyřice s SiO₂ nanočásticemi v podmínkách klasického REM a EREM. *Jemná mechanika a optika*, 2017, č. 3, s. 75-77. ISSN 0447-6441.
- [4] JAKSCH, H. Contrast mechanisms of low loss Backscattered Electrons in Field emission SEM. In: *EMAS conference*. 2011. s. 255.
- [5] WANDROL, P. New scintillation detector of backscattered electrons for the low voltage SEM. *Journal of microscopy*, 2007, vol 227(1), s. 24-29.
- [6] GOLDSTEIN, J.; NEWBURY, D.; JOY, D.; LYMAN, C.; ECHLIN, P.; LIFSHIN, E.; SAWYER, L.; MICHAEL, J. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. 3rd ed. Berlin: Springer-Verlag, 2003. 689 s. ISBN 0-306-47292-9.
- [7] RUTHERFORD, E. The Scattering of α and β Particles by Matter and the Structure of the Atom. *Philosophical Magazine*, 1911, vol. 21 (125), s 669-688. DOI: 10.1080/14786440508637080.
- [8] MÜLLEROVÁ, I. Mikroskopie pomalými elektrony. V Frank L. et al. eds. *Metody analýzy povrchů: Iontové, sondové a speciální metody*. Praha: Academia, 2002, s. 383-448. ISBN 80-200-0594-3.
- [9] MOTT, N.; MASSEY, H. *The theory of atomic collisions*. 3rd ed. London: Oxford University Press, 1965. 362 s. ISBN 0198520301.
- [10] DING, Z.-J.; SHIMIZU, R. A Monte Carlo modeling of electron interaction with solids including cascade secondary electron production. *Scanning*, 1996, vol. 18(2), s. 92-113. DOI: 10.1002/sca.1996.4950180204.

- [11] GRYZIŃSKI, M. (1965). Two-Particle Collisions. I. General Relations for Collisions in the Laboratory System. *Physical Review*, 1965, vol. 138, A305-A321. DOI: 10.1103/PhysRev.138.A305.
- [12] HO, Y.-C.; TAN, Z.-Y.; WANG, X.-L.; CHEN, J.-G. A theory and Monte Carlo calculation on low energy electron scattering in solids . *Scanning Microscopy*, 1991, vol. 4, s.945-951. ISSN 0891-7035.
- [13] PINES, D.; NOZIÈRES, P. *The Theory of Quantum Liquids*. Vol. 1: Normal Fermi Liquids. New York: Benjamin, 1966. 382 s. ISBN 0201407744.
- [14] BETHE, H. Zur Theorie des Durchgangs schneller Korpuskularstrahlen durch Materie. *Annalen der Physik*, 1930, vol. 5, 325-400. DOI: 10.1002/andp.19303970303.
- [15] JOY, D.; LUO, S. An empirical stopping power relationship for low-energy electrons. *Scanning*, 1989, vol. 11 (4), s. 176-180. DOI: 10.1002/sca.4950110404.
- [16] JOY, D.C.; JOY, C.S. Low voltage scanning electron microscopy. *Micron*, 1996, 27.3-4, s. 247-263. DOI: 10.1016/0968-4328(96)00023-6.
- [17] DONOVAN, J. (2015). *Electron Beam Micro Analysis Course*. [online] Eugene: Center for Advanced Materials Characterization in Oregon, The MicroAnalytical Facility, 2015.[cit.28.12.2015] Dostupné z: http://epmalab.uoregon.edu/pdfs/Specint3%20_Chap%202_.pdf.
- [18] KANAYA, K.; KAWAKATSU, H. Secondary electron emission due to primary and backscattered electrons. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 1972, vol. 5(9), s. 1727-1742.
- [19] WELLS, O.C.; MCGLASHAN-POWELL, M.; VLADÁR, A.E.; POSTEK, M.T. Application of the low-loss scanning electron microscope image to integrated circuit technology. Part II—chemically-mechanically planarized samples. *Scanning*, 2001, vol. 23(6), s. 366-371. DOI: 10.1002/sca.4950230602.
- [20] EVERHART, T.E.; CHUNG, M.S. Idealised spatial emission distribution of secondary electrons. *Journal of Applied Physics*, 1972, vol. 43, str. 3708. DOI: 10.1063/1.1661794.

- [21] ZHENG-MING, L.; BRAHME, A. An overview of the transport theory of charged particles. *Radiation Physics and Chemistry*, 1993, vol. 41(4-5), s. 673-703. DOI: 10.1016/0969-806X(93)90318-O.
- [22] BERGER, M. J. Monte Carlo calculation of the penetration and diffusion of fast charged particles. *Methods in computational physics*, 1963, vol. 1, s. 135-215.
- [23] GREEN, M. A Monte Carlo calculation of the spatial distribution of characteristic X-ray production in a solid target. *Proceedings of the Physical Society*, 1963, vol. 82(2), s. 204-215.
- [24] FABIAN, F.; KLUIBERA, Z. *Metoda Monte Carlo a možnosti jejích uplatnění*. Praha: PROSPEKTRUM, 1998. 152 s. ISBN 80-7175-058-1.
- [25] DŘÍMAL, J.; TRUNEC, D.; BRABLEC, A. *Úvod do metody Monte Carlo*. [online]. Brno: Katedra fyzikální elektroniky, Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita, 2006. [cit. 27.12.2015] Dostupné z: <http://www.physics.muni.cz/~trunec/mc.pdf>.
- [26] HOVINGTON, P.; DROUIN, D.; GAUVIN, R. CASINO: A new Monte Carlo code in C language for electron beam interaction—part I: Description of the program. *Scanning*, 1997, vol. 19(1), s. 1-14. DOI: 10.1002/sca.4950190101.
- [27] DROUIN, D.; HOVINGTON, P.; GAUVIN, R. CASINO: A new monte carlo code in C language for electron beam interactions—part II: Tabulated values of the mott cross section. *Scanning*, 1997, vol. 19(1), s. 20-28. DOI: 10.1002/sca.4950190103.
- [28] HOVINGTON, P.; DROUIN, D.; GAUVIN, R. CASINO: A new Monte Carlo code in C language for electron beam interaction—part III: Stopping power at low energies. *Scanning*, 1997, vol. 19(1), s. 29-35. DOI: 10.1002/sca.4950190104.
- [29] CZYZEWSKI, Z.; MACCALLUM, D.; ROMIG, A.; JOY, D.. Calculations of Mott scattering cross section. *Journal of Applied Physics*, 1990, vol. 68(7), s. 3066-3072. DOI: 10.1063/1.346400.
- [30] JOY, D.; LUO, S.; GAUVIN, R.; HOVINGTON, P.; EVANS, N. Experimental measurements of electron stopping power at low energies. *Scanning Microscopy*, 1996, vol. 10(3), s. 653-666.

- [31] McGill Electron Microscopy Research Group – MC programs [07.08.2016]. Dostupné z <http://www.memrg.com/programs-download>.
- [32] GAUVIN, R.; LIFSHIN, E.; DEMERS, H.; HORNY, P.; CAMPBELL, H. Win X-ray: A new Monte Carlo program that computes X-ray spectra obtained with a scanning electron microscope. *Microscopy and Microanalysis*, 2006, vol. 12(1), s. 49-64.
- [33] FIORI, C.E.; SWYT, C.R. The use of theoretically generated spectra to estimate detectability limits and concentration variance in energy-dispersive X-ray microanalysis. V Russell, P.E. eds. *Microbeam Analysis*. San Fransisco: San Francisco Press, 1989. s. 236–238.
- [34] RITCHIE, N.W.M. NIST DTSA-II [cit. 07.08.2016]. Dostupné z <http://www.cstl.nist.gov/div837/837.02/epq/dtsa2/index.html>.
- [35] SALVAT, F.; FERNÁNDEZ-VAREA, J.M.; SEMP AU, J. PENELOPE-2008: *A code system for Monte Carlo simulation of electron and photon transport*. In: the Workshop Proceedings, June. 2008. ISBN 978-92-64-99066-1.
- [36] SELTZER, S.M.; BERGER, M.J. Bremsstrahlung spectra from electron interactions with screened atomic nuclei and orbital electrons. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 1985, vol. 12(1), s. 95-134. DOI: 10.1016/0168-583X(85)90707-4.
- [37] BAUMANN, W.; REIMER, L. Comparison of the noise of different electron detection systems using a scintillator-photomultiplier combination. *Scanning*, 1981, vo. 4(3), s. 141-151. DOI: 10.1002/sca.4950040304.
- [38] FRANK, J.; AL-ALI, L. Signal-to-noise ratio of electron micrographs obtained by cross correlation. *Nature*, 1975, vol. 256(5516), s. 376-379.
- [39] JOY, D. C. SMART – a program to measure SEM resolution and imaging performance. *Journal of microscopy*, 2002, vol. 208(1), s. 24-34. DOI: 10.1046/j.1365-2818.2002.01062.x.
- [40] JOY, D.C.; JOY, C.S.; BUNN, R.D. Measuring the performance of scanning electron microscope detectors. *Scanning*, 1996, vol. 18(8), s. 533-538. DOI: 10.1002/sca.4950180802.

- [41] MÜLLEROVÁ, I.; LENC, M.; FLORIÁN, M. A small area semiconductor detector for backscattered electrons. *Scanning*, 1987, vol. 9(1), s. 42-44. DOI: 10.1002/sca.4950090108.
- [42] EVERHART, T.E.; THORNLEY, R. F. M. Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents. *Journal of scientific instruments*, 1960, vol. 37(7), s. 246-248.
- [43] RUTHERFORD, E.; WARD, F. A. B.; WYNN-WILLIAMS, C. E. A New Method of Analysis of Groups of Alpha-Rays.(1) The Alpha-Rays from Radium C, Thorium C, and Actinium C. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, 1930, vol. 129(809), s. 211-234.
- [44] DALY, N. R. Scintillation type mass spectrometer ion detector. *Review of Scientific Instruments*, 1960, 31(3), s. 264-267. DOI: 10.1063/1.1716953.
- [45] AUTRATA, R. *Metody detekce signálních elektronů v elektronové mikroskopii pomocí monokrystalických scintilátorů*. Brno, 1986. 225 s. Doktorská dizertační práce. Československá akademie věd, Ústav přístrojové techniky.
- [46] BOK, J. *Kinetika katodoluminiscence scintilátorů a rezistů pro přístroje s elektronovým svazkem*. Brno 2010. 73 s. Diplomová práce. Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta, Ústav fyziky kondenzovaných látek.
- [47] Saint-Gobain Crystals. BC-800, BC-802 Premium Acrylic Plastic. [online]. 2014 [cit. 01.07.2014]. Dostupné z: <http://www.crystals.saint-gobain.com/>.
- [48] PAWLEY, J. B. Performance of SEM scintillation materials. In: *Proceedings of the scanning electron microscopy; Chicago Scanning electron microscopy*, 1974.
- [49] CRYTUR spol.s.r.o. [cit. 01.03.2016]. Dostupné z <https://www.crytur.cz/materials/>.
- [50] LECOQ, P.; ANNENKOV, A.; GEKTIN, A.; KORZHIK, M.; PEDRINI, C. *Inorganic Scintillators for Detector Systems: Physical Principles and Crystal Engineering*. Berlin: Springer, 2006, 251 s. ISBN: 978-3-540-27766-8.
- [51] LAUX, S.; KAISER, N.; ZÖLLER, A.; GÖTZELMANN, R.; LAUTH, H.; BERNITZKI, H. Room-temperature deposition of indium tin oxide thin films with plasma ion-assisted evaporation. *Thin Solid Films*, 1998, vol. 335(1), s. 1-5. DOI: 10.1016/S0040-6090(98)00861-X.

- [52] MCPEAK, K.M.; JAYANTI, S.V.; KRESS, S.J.; MEYER, S.; IOTTI, S.; ROSSINELLI, A.; NORRIS, D.J. Plasmonic films can easily be better: Rules and recipes. *ACS Photonics*, 2015, vol. 2(3), s. 326-333. DOI: 10.1021/ph5004237.
- [53] HAMAMATSU PHOTONICS K.K., Editorial Committee. *Photomultiplier tubes: Basics and Applications* [online]. 2007. Tokyo: Hamamatsu Photonics K.K., Electron Tube Division [cit. 01.03.2016]. Dostupné z: https://www.hamamatsu.com/resources/pdf/etd/PMT_handbook_v3aE.pdf.
- [54] WALL, J.; ISAACSON, M.; LANGMORE, J.P. Collection of Scattered Electrons in Dark Field Electron-Microscopy. *Optik*, 1974, vol. 39(4), s. 359-374.
- [55] AUTRATA, R.; HERMANN, R.; MÜLLER, M. An efficient single crystal BSE detector in SEM. *Scanning*, 1992, vol. 14(3), s. 127-135. DOI: 10.1002/sca.4950140302.
- [56] JOY, D.C. *A Database of Electron-Solid Interactions*. Oak Ridge: EM Facility, University of Tennessee and Oak Ridge National Laboratory, 2002. [cit. 20.01.2015]. Dostupné z: https://www.google.cz/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=6&cad=rja&uact=8&ved=0ahUKEwjOsI6Xo87UAhXD1RoKHTB9D20QFgheMAU&url=http%3A%2F%2Fextris.springer.com%2F2003%2F978-1-4613-4969-3%2FDatabase%2FJoy%2520Electron%2520Database.doc&usg=AFQjCNECWxQ9PdCz_mgjTXb6g1n4JXmKOg.
- [57] HOHN, F., J., KINDT, M., NIEDRIG, H., STUTH, B.: Elektronenrückstreuungsmessungen an dünnen Schichten auf massiven Trägersubstanzen. *Optik*. 1976, vol. 46, p. 491-498, ISSN 0030-4026.
- [58] CAMPBELL, T.; KALIA, R.; NAKANO, A.; VASHISHTA, P.; OGATA, S.; RODGERS, S. Dynamics of oxidation of aluminum nanoclusters using variable charge molecular-dynamics simulations on parallel computers. *Physical Review Letters*, 1999, vol. 82(24), s. 4866. DOI: 10.1103/PhysRevLett.82.4866.
- [59] TAYLOR, M.L.; SMITH, R.L.; DOSSING, F.; FRANICH, R.D. Robust calculation of effective atomic numbers: The Auto-Zeff software. *Medical physics*, 2012, vol. 39(4), s. 1769-1778. doi:10.1118/1.3689810. Program dostupný: <http://mams.rmit.edu.au/hhwsx58somw.oz.zip>.

- [60] KONVALINA, I.; MÜLLEROVÁ, I. The trajectories of secondary electrons in the scanning electron microscope. *Scanning*, 2006, vol. 28(5), s. 245-256. DOI: 10.1002/sca.4950280501.
- [61] BOK, J. *Mechanismus katodoluminiscence monokrystalů YAG:Ce*. Brno 2014. 113 s. Dizertační práce. Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta, Ústav fyziky kondenzovaných látek.
- [62] KOLOSOVA, J; JIRUSE, J; FIALA, J; BERANEK, Low Energy BSE Imaging with a New Scintillation Detector. *Microscopy and Microanalysis*, 2015, vol. S3, s. 703-704.

Seznam použitých zkratk a symbolů

A	molární hmotnost
AE	Augerovy elektrony
AFM	mikroskopie atomárních sil
b	náměrná vzdálenost
BL	napětí na předzesilovači detektoru (black level)
BSE	zpětně odražené elektrony
CL	katodoluminiscence
CSDA	aproximaci brzdou silou
$d\sigma/d\Omega$	diferenciální účinný průřez
DQE	detekční kvantová účinnost
DTSA	Desktop Spectrum Analyzer
e	elementární elektrický náboj elektronu
E	kinetická energie dopadajícího elektronu
EBSD	difrakce zpětně odražených elektronů
E_i	vazebná energii elektronu
EO	excitační objem
ET	Everhartův – Thornleyho detektor
$f(\theta)$ a $f(\chi)$	rozptylové amplitudy
G	kontrast - velikost napětí na dynodách fotonásobiče (gain)
GOS	zobecněná síla oscilátoru
$\text{Im}\{-1/\varepsilon(\omega, q)\}$	ztrátová funkce
ITO	indium cín oxid
J	střední ionizační potenciál
k	vlnové číslo elektronu
LLE	pružně rozptýlené BSE
LVREM	nízkonapěťový REM
m	hmotnost elektronu
MC	Monte Carlo

N_A	Avogadrova konstanta
n_{BSE}	počet BSE emitovaných ze vzorku
n_i	počet elektronů i-té hladiny
n_{PE}	počet PE dopadajících na vzorek
n_{SE}	počet SE emitovaných ze vzorku
$P_l(\cos\theta)$	Legendrovy polynomy
$P_l^1(\cos\theta)$	přidružené Legendrovy polynomy
P47	křemičitan ytritý aktivovaný cerem
PE	primární elektrony
PMMA	polymethylmetacrylát
PMT	fotonásobič
r	polohový vektor
r_e	efektivní poloměr rozptylového centra
r_0	průměr plochy svazku PE
REM	rastrovací elektronový mikroskop
R_s	stíněný poloměr atomu
RTG	rentgenové záření
SE I, SE II, SE III	složky signálu sekundárních elektronů
SE	sekundární elektrony
SiO_2	křemenné sklo
SNR	odstup signálu od šumu
SNR_{exp}	SNR na výstupu detektoru
SNR_{theor}	teoretická hodnota SNR ideálního detektoru
STEM	rastrovací transmisní elektronová mikroskopie
UV	ultrafialové oblast spektra záření
V	Abbeovo číslo
v	rychlost elektronu
W	ztráta energie elektronů
WD	pracovní vzdálenost (vzdálenost povrchu vzorku od objektivu)
YAG:Ce	ytrio-hlinitý granát aktivovaný cerem

YAP:Ce	yttrio-hlinitý perovskit aktivovaný cerem
YSO	yttrio-silikát aktivovaný cerem
Z	protonové číslo
Z_{eff}	efektivní protonové číslo
\bar{Z}	střední protonové číslo
α_H	Bohrův rádius
δ	koeficient emise SE
δ_l^+, δ_l^-	fázový posuv pro l -tou parciální vlnu
$\varepsilon(\omega, q)$	dielektrická funkce
ε_0	permitivita vakua
θ	rozptylový úhel
θ_0	charakteristický stínící úhel
$\hbar q$	přenosový moment
η	koeficientem emise BSE
λ_B	de Broglieho vlnová délka
λ_{in}	střední volná dráha nepružného rozptylu
ζ	úhel mezi normálou povrchu a směrem emise BSE
ρ	hustota
σ	účinný průřez
σ_{el}	účinný průřez jednoduché elektronové excitace
σ_i	účinný průřez nepružného rozptylu
σ_{incl}	celkový účinný průřez nepružného rozptylu
σ_p	účinný průřez plasmonové excitace
σ_s	účinný průřez excitace elektronů na vnitřních hladinách
σ_T	celkový (totální) účinný průřez
τ_{eff}	rychlost dozívání pulzně excitovaného scintilátoru
φ	úhle dopadu PE
χ	azimutální úhel

ψ	sběrový úhel detektoru
Ω	prostorový úhel
ω	střední úniková hloubka

Přehled článků a konferenčních příspěvků publikovaných v průběhu studia

Stěžejní články v impaktovaných časopisech

TIHLAŘÍKOVÁ, E.; NEDĚLA, V.; SHIOJIRI, M. In Situ Study of Live Specimens in an Environmental Scanning Electron Microscope. *Microscopy and Microanalysis*. 2013, vol. 19(4), s. 914-918. ISSN 1431-9276.

NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; RUNŠTUK, J.; HUDEC, J. High-efficiency detector of secondary and backscattered electrons for low-dose imaging in the ESEM. *Ultramicroscopy*. 2017, 184(A). s. 1-11. ISSN 0304-3991.

NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; HŘIB, J. The Low-Temperature Method for Study of Coniferous Tissues in the Environmental Scanning Electron Microscope. *Microscopy Research Technique*. 2015, vol. 78(1), s. 13-21. ISSN 1059- 910X.

Články v neimpaktovaných časopisech

MAŠOVÁ, Š.; Tihlaříková, E.; Neděla, V.. In Situ Dynamic ESEM Observations of Basic Groups of Parasites. *Advances in Imaging and Electron Physics*. 2015, vol. 190 (05), s. 92-95. ISSN 1076-5670.

NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; SHIOJIRI, M. New Environmental Scanning Electron Microscopy and Observation of Live Nature. *Kenbikyo*. 2014, vol. 49(1), s. 64-67. ISSN 1349-0958.

ČUDEK, P., TIHLAŘÍKOVÁ, E., PLÉHA, D. Surface Diagnostic of Zinc Electrodes in Electrochemical Battery System. *ECS Transactions*, 2012, vol. 40(1), s. 219-225. ISSN: 1938-5862.

ČUDEK, P., TIHLAŘÍKOVÁ, E., PLÉHA, D. Diagnostika projevu stárnutí zinkových elektrod elektrochemických zdrojů elektrické energie. *ElectroScope* - <http://www.electroscope.zcu.cz>, 2012, vol. 2012(1), s. 1-4. ISSN: 1802- 4564.

NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; HAMPL, A.; SEDLÁČKOVÁ, M. SEM and ESEM Observation of Stem Cells. *G.I.T. Imaging and Microscopy*. 2012, vol. 4, s. 32-34. ISSN 1439-4243.

Abstrakty

TIHLAŘÍKOVÁ, E.; NEDĚLA, V.; MAŠOVÁ, Š. Environmental Scanning Electron Microscopy as a Useful Tool for Taxonomical Documentation of Parasitical Helminths. *Microscopy and Microanalysis*. 2016, Roč. 22, S3, s. 1178-1179. ISSN 1431-9276.

NEDĚLA, V.; BUČKO, M.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; KRAJČOVIČ, T.; GEMEINER, P.; NAVRÁTILOVÁ, E.; HUDEC, J. In Situ Study of Internal Structure of Spherical Polyelectrolyte Complex Capsules Using ESEM. In EMC2016. The 16th European Microscopy Congress. Proceedings. Oxford: Wiley, 2016, S. 263-264. ISBN 9783527808465. [EMC2016. European Microscopy Congress /16./, Lyon, 28.08.2016-02.09.2016, FR].

NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; SCHIEBERTOVÁ, P.; ZAJÍCOVÁ, I.; SCHWARZEROVÁ, K. Study of Plant Waxes Using Low Temperature Method for ESEM. *Microscopy and Microanalysis*. 2016, Roč. 22, S3, s. 1180-1181. ISSN 1431-9276.

TIHLAŘÍKOVÁ, E.; NEDĚLA, V. Repetitive Observation of Coniferous Samples in ESEM and SEM. *Microscopy and Microanalysis*. 2015, Roč. 21, S3, s. 1695-1696. ISSN 1431-9276.

NEDĚLA, V.; BUČKO, M.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; KRAJČOVIČ, T.; GEMEINER, P. The Size and Morphological Study of Spherical Polyelectrolyte Complex Beads Using Environmental Scanning Electron Microscopy. *Microscopy and Microanalysis*. 2015, Roč. 21, S3, s. 1697-1698. ISSN 1431-9276.

NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; HŘIB, J.; RUNŠTUK, J. Comparison of Classical SEM and ESEM Protocols for Study of Conifer Embryogénie Tissues with Using Low Temperature

Conditions of ESEM. Microscopy and Microanalysis. 2014, Roč. 20, S2, s. 1230-1231. ISSN 1431-9276.

TIHLAŘÍKOVÁ, E.; NEDĚLA, V.; ROVNANÍKOVÁ, P. Study of Hydrated Lime in Environmental Scanning Electron Microscopy. Microscopy and Microanalysis. 2013, Roč. 19, S2, s. 1644-1645. ISSN 1431-9276.

NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; SHIOJIRI, M. Environmental scanning electron microscope for observation in live nature. In 69th Annual Meeting of the Japanese Society of Microscopy. Osaka: The Japanese Society of Microscopy, 2013. [Annual Meeting of the Japanese Society of Microscopy /69./, Osaka, 20.05.2013-22.05.2013, JP].

NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E. Environmental scanning electron microscope for observation of live nature. In 69th Annual Meeting of the Japanese Society of Microscopy. Osaka: The Japanese Society of Microscopy, 2013. [Annual Meeting of the Japanese Society of Microscopy /69./, Osaka, 20.05.2013-22.05.2013, JP].

NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; SHIOJIRI, M. New Environmental Scanning Electron Microscopy and Observation of Live Nature. Journal of Microscopy Society of Thailand. 2013, Roč. 6, 1-2, s. 1-5. ISSN 2228-9038.

NEDĚLA, V.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; MAKOTO, S. New Environmental Scanning Electron Microscopy and Observation of Live Nature. In MST30 2013. Proceedings of the 30th Annual Conference of the Microscopy Society of Thailand. Chanthaburi: Microscopy Society of Thailand, 2013, S. 19-20. ISBN 978-974-7533-16-3. [MST30 2013. The 30th Annual Conference of the Microscopy Society of Thailand, Chanthaburi, 23.01.2013-25.01.2013, TH].

FLODROVÁ, E.; NEDĚLA, V.; HAMPL, A.; SEDLÁČKOVÁ, M. Comparative Study Of Human Embryonic Stem Cell Surface Structure Using SEM And ESEM. Microscopy and Microanalysis. 2012, Roč. 18, Suppl. 2, s. 1268-1269. ISSN 1431-9276.

FLODROVÁ, E.; NEDĚLA, V.; SEDLÁČKOVÁ, M.; HAMPL, A. Human embryonic stem cells preparation for scanning electron microscopy. In Proceedings of the 10th Multinational

Congress on Microscopy 2011. Urbino: SISM, 2011, S. 105-106. [Multinational Congress on Microscopy 2011 /10./ - MCM 2011, Urbino, 04.09.2011-09.09.2011, IT].